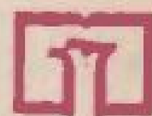
CHEMIA DLA CIEBIE

STEFAN SĘKOWSKI

MOJE LABORATORIUM

cz. II





WYDAWNICTWA SZKOLNE I PEDAGOGICZNE

Okładkę i kartę tytułową projektował
Romuald Socha

Rysunki wykonał
S. Kozaczyński

Redaktor
Jadwiga Sobczak

Redaktor techniczny
Zofia Chyża

Korektor
Danuta Siudyło

WARSZAWA 1978
WYDAWNICTWA SZKOLNE I PEDAGOGICZNE

Wydanie I. Nakład 10000+257 egz.
Ark. druk. 7,5/32; wyd. 9,31. Oddano do składania
28.I.1976 Podpisano do druku 20.I.1978 r.
Druk ukończono w lutym 1978 r.
Zam. 3025/384 Cena zł 28.— I-5/151
Papier druk. mat. kl. V 70 g. 70×100 cm

WSiP ZAKŁADY GRAFICZNE W BYDGOSZCZY



ZAMIAST WSTĘPU — DLACZEGO PO RAZ DRUGI?

Zdaje mi się, że dobrze odgaduję Twoje myśli. — Wziąłeś książeczkę do ręki, obracasz ją, kartkujesz, oglądasz rysunki i... jesteś trochę zawiedziony.

Po *Pierwiastkach w moim laboratorium* i po *Elementarzu chemii organicznej* spodziewałeś się czegoś „bombowego", no powiedzmy 1001 ciekawych doświadczeń, koloro-

wych, efektownych i... możliwych do wykonania przy użyciu najprostszych odczynników.

Tymczasem zamiast wymarzonych cudów, trzymasz w ręku książeczkę o skromnym tytule *Moje laboratorium, część II*.

Mój drogi, trochę mi przykro, że sprawiłem Ci zawód, ale my chemicy nie możemy bujać w obłokach — życie jest twardą szkołą i dlatego musimy mocno stać nogami na ziemi. Ty sam przecież przyczyniłeś się do decyzji powstania książki właśnie o tej tematyce. Wiemy przecież obaj, że *Pierwiastki...* i *Elementarz...* to już nie przedszkole chemiczne. To prawda, że tematyka doświadczeń jest tu zajmująca, ale samo ich wykonanie bywa znacznie trudniejsze niż np. w *Ciekawych doświadczeniach*. Nic więc dziwnego, że po ukazaniu się obu tych ostatnich książeczek sypnęła się nowa porcja Twoich listów, w których pytasz:

— *jak destylować z parą wodną i w ogóle co to jest za proces?*
— *czym oznaczyć temperaturę topnienia związku?*
— *co to takiego są łaźnie olejowe?*
— *jak zmierzyć stężenie kwasu?*
— *jak kwas zatężyć?*
— *czym ciąć rurki?*
— *który palnik jest lepszy, Bunsena czy Mekera?*
— *co to znaczy sączyć pod próżnią?*

Początkowo odpowiadałem Ci na te pytania indywidualnie, ale wreszcie doszedłem do wniosku, że to sprawy nie rozwiązuje, a te i tym podobne problemy dojrzały,

abyśmy je omówili szerzej, wspólnie, właśnie w następnej książeczce z naszej serii.

Moje laboratorium, część I przeznaczona jest więc dla początkujących chemików. Ty jesteś już zaawansowany w wiedzy chemicznej, ale, nie da się tego ukryć, że różne poważniejsze czynności laboratoryjne sprawiają Ci, jak mawiał Kubuś Puchatek, „małe conieco" kłopotów.

Dlatego też, aby ułatwić Ci wykonywanie doświadczeń opisywanych w ostatnich książkach serii „Chemia dla Ciebie", zabrałem się do przygotowania tej książeczki, którą w tej chwili trzymasz w ręku.

Pytałeś się nawet niedawno w liście, dlaczego tych wszystkich pomocniczych wiadomości nie zamieściłem od razu np. w *Elementarzu...?* Dlatego, że książka stała by się nudna, gruba i ... droga. *Moje laboratorium, część II* stanie się Twoim przyjacielem i codziennym doradcą przy stole laboratoryjnym, również i dlatego, że jesteś teraz już o rok starszy, więc do wielu rzeczy podchodzisz poważniej.

Oj, mnie też lat przybywa. Przekonałem się o tym nie tylko dlatego, że zacząłem nosić okulary do pracy, ale spotkałem ostatnio świeżo upieczonych absolwentów jednego z techników chemicznych oraz z Uniwersytetu i Politechniki, którzy są Twoimi starszymi kolegami. I oni to opowiadali mi, jak zaczynali eksperymentować z wypiekami na twarzy i *Ciekawymi doświadczeniami* w ręku. Ty jesteś już w lepszej sytuacji, bo łącznie z obecną, seria nasza liczy w tej chwili 10 pozycji. Myślę, że wykorzystasz ten fakt z pożytkiem dla swego chemicznego wykształcenia i, kto wie, może spotkamy się za kilka

lat na szerokim szlaku chemii, gdy będziesz miał już dyplom w ręku. A dawne, pionierskie czasy, kiedy to Twoim podstawowym wyposażeniem była probówka i lampka spirytusowa, zaś typowymi odczynnikami — kreda, ocet, mydło i sól kamienna, już należą do przeszłości.

Dziś po ukazaniu się *Pierwiastków w Twoim laboratorium* i *Elementarza chemii organicznej*, twoje apetyty wzrosły. Abyś ten zupełnie zresztą naturalny i usprawiedliwiony głód mógł zaspokoić, jasne że wystarczyć Ci już nie może owa przysłowiowa probówka i ocet. Twoja wiedza chemiczna, a równocześnie biegłość eksperymentatorska tak już wzrosły, że możesz i masz prawo posługiwać się bardziej specjalistycznym sprzętem chemicznym jak też i stosować szerszy wachlarz odczynników.

O ile jednak jeszcze parę lat temu, czyli w okresie *Mojego laboratorium, cz. I* mogłeś z powodzeniem i zupełnie bezpiecznie eksperymentować w swoim domowym laboratorium, o tyle teraz musisz się już przenieść do prawdziwego laboratorium chemicznego.

Ja wiem, że się trochę buntujesz i widzę Twoją niezadowoloną minę. Ale masz rację tylko częściowo. Oczywiś-



cie polubiłeś swój własny kącik chemiczny, sam go stworzyłeś, lubisz w nim eksperymentować. I nikt Ci tego nie chce zabrać. Musisz jednak zauważyć, że tak jak wyrastasz ze spodni i kurtek, tak i przyciasne, zbyt prymitywne staje się z czasem Twoje prywatne laboratorium. Np. ciągle się skarżysz na brak odczynników. Daję Ci wiele praktycznych rad, ale gdy zaczynają wchodzić w grę związki bardziej skomplikowane, staję się bezsilny, bo wiem, że ich nie kupisz. No a taka waga analityczna? Sam przyznasz, że Cię na nią nie stać.

Tymczasem w szkolnej pracowni chemicznej, albo w domu kultury, dorosły chemik ma zawsze odpowiedni wydzielony lokal, mniejsze lub większe kredyty na sprzęt i odczynniki, a w sklepie nikt mu nie powie:

— Młodzieży się nie sprzedaje.

Myślę, że z instruktorem czy nauczycielem szybko się zaprzyjaźnisz, gdy ten zobaczy, że masz pewną wprawę eksperymentatorską i nie jesteś już „zielony".

Tak, tak. Skończyły się już czasy Davy'ego i Berzeliusa, kiedy to jeden uczony mógł w ciągu swojego życia odkryć kilka pierwiastków i to w oparciu o pry-



mitywne w naszym pojęciu laboratorium. Dziś osiągnięcia naukowe, nawet te zupełnie średniej miary, mogą być dziełem wyłącznie zespołów. I czy Ci się to podoba czy też nie, musisz się powoli wciągać do pracy w grupie.

Na początek muszę Cię zobowiązać do tego, że w każdym razie te doświadczenia z tej książeczki, które są oznaczone , będziesz przeprowadzał pod okiem instruktora. Pozostałe możesz jeszcze po dawnemu wykonać w swoim cichym kąciku. Jednak takie, w których występują żrące, wybuchowe czy trujące odczynniki, możesz przeprowadzać tylko pod opieką nauczyciela czy instruktora.

Dlatego proszę Cię bardzo, przyrzeknij mi, że nie będziesz wykonywał w domu doświadczeń oznaczonych . Bo inaczej nie będę mógł spać spokojnie.

Chciałbym, żebyś puścił wodze fantazji i wyobraził sobie, co się stanie, gdy nie podporządkujesz się moim zaleceniom mówiącym o zachowaniu bezpieczeństwa podczas pracy, a przede wszystkim wskazówkom o konieczności pracy w zespole pod opieką fachowca. Chciałbym, żebyś zrozumiał, że **nie wolno Ci** wyznawać zasady „po nas potop". Był film pod takim tytułem. Przedstawiał młodzież, która żyła dniem dzisiejszym, żyła tylko żeby użyć, nie bacząc jakim i czyim kosztem.

Oczywiście egoiści często wyznają tę zasadę i na pewno odnoszą w życiu swoje wycinkowe sukcesy. Jednak ludzie ci generalnie w życiu przegrywają.

Dlaczego o tym mówię?

Takim szkodliwym egoizmem w Twoim marszu drogą chemiczną jest bezmyślne, nieuważne wykonywanie do-

świadczeń przy świadomym często łamaniu kardynalnych przepisów bezpieczeństwa w myśl zasady: co mnie tam kto obchodzi — ja chcę tu i teraz eksperymentować.

Kończy się to czasem gorzej, czasem zupełnie źle. Mimo to, winowajca sam ponosi skutki tylko w znikomym procencie. Poparzone paluchy, dziury w ubraniu, czasem w podłodze czy meblach. Jakaś awantura, może kara...

Tyle winowajca, resztę konsekwencji ponosi ogół chemików amatorów eksperymentu.

Kamień wpadając do wody powoduje mały plusk, ale wzbudzona fala rozchodzi się daleko, bardzo daleko. Tak też jest i z każdym wypadkiem. Wieść o „wybuchu" czy „pożarze" w laboratorium rozchodzi się bardzo szybko, zatacza coraz szersze kręgi i przechodząc z ust do ust urasta czasem do potwornych rozmiarów.

Czy można się więc dziwić rodzicom, że nasłuchawszy się takich wiadomości nie chcą zgodzić się na Twój udział w eksperymentowaniu? Ja się im nie dziwię i dlatego wielokrotnie już poruszałem ten temat w naszych spotkaniach.

Więc pamiętaj. — Nie bądź egoistą — pracuj dla stworzenia takiej atmosfery, która da możliwości do eksperymentowania również Twoim młodszym kolegom.

Bądź członkiem nie istniejącego klubu, który ma na celu udowodnienie rodzicom, opiekunom i w ogóle całemu społeczeństwu, że można eksperymentować, to znaczy bawiąc się jednocześnie uczyć się chemii, bez przesadnej obawy pożarów, zatruć, zniszczeń i wybuchów. Spróbujmy wspólnie przekonać ogół, że starannie prowa-

dzone doświadczenia chemiczne nie kryją w sobie większego niebezpieczeństwa i ryzyka, niż modelarstwo, krótkofalarstwo, kolarstwo czy wioślarstwo.

I jak zawsze w tym miejscu przypominam, że w przypadku specjalnych trudności, po dłuższej chwili zastanowienia, możesz zawsze zwrócić się o pomoc w nierozwiązalnych dla Ciebie kłopotach chemicznych, pisząc na adres:

Dział Łączności z Czytelnikami —
Redakcja „Młody Technik"
00—950 Warszawa, ul. Spasowskiego 4

I

DZIAŁ

SZKŁO

Tak więc pierwsza część książki poświęcona jest sprawom związanym ze szkłem.

Możliwe, że niektóre podane tu wiadomości, są Ci już znane, ale na pewno nie zaszkodzi ich odświeżyć, pogłębić, no i nabrać wprawy w operowaniu nimi.

Mam nadzieję, że dzięki pewnej praktyce laboratoryjnej już sam zdajesz sobie sprawę z tego, że szkło, jego obróbka i posługiwanie się nim, są nierozerwalnie związane z pracą chemika. Co gorzej, brak tych umiejętności nie tylko opóźnia pracę, ale prowadzi do strat preparatów, nad którymi pracowałeś długie godziny, a czasem jeszcze gorzej, niesie ze sobą niebezpieczeństwo pożaru czy zatrucia.




1 SZKŁO SZKŁU NIERÓWNE

Na początku rozejrzyjmy się po Twoim „szklanym" królestwie i dokonamy krytycznego przeglądu i oceny jego zasobów.

Teraz odpowiedz mi

Czy szkło rozpuszcza się w wodzie?

Pytanie to wygląda na pozór bardzo naiwnie, ba wręcz śmiesznie.

— Jakie to szkło może się rozpuszczać w wodzie — mówisz.

A jednak.

Do suchej i czystej zlewki nalej 10—20 cm^3 świeżo destylowanej wody i dodaj 1—2 krople alkoholowego roztworu fenoloftaleiny. Jak wiesz, wskaźnik ten w roztworach o odczynie kwaśnym i obojętnym jest bezbarwny, a w środowisku o odczynie zasadowym, alkalicznym — przybiera barwę czerwoną.

Twoja woda z dodatkiem fenoloftaleiny jest oczywiście bezbarwna.

Teraz do zlewki wsyp 2 łyżeczki bardzo drobno potłuczonego zwykłego szkła okiennego.

Zabieg rozdrabniania szkła okiennego na ziarna wielkości kaszy manny najlepiej jest wykonać w metalowym moździerzu.

Uwaga: przy rozdrabnianiu szkła musisz koniecznie nałożyć okulary ochronne, np. gogle motocyklowe.

Już wiem, o co Ci chodzi.

W przypadku braku moździerza, kawałek szkła wielkości pudełka od zapałek zawiń w gęstą tkaninę, po czym połóż na kamieniu i szkło proszkuj uderzając lekko młotkiem.

Po wsypaniu 2 łyżeczek drobno potłuczonego szkła, całość w zlewce bardzo ostrożnie zamieszaj i pozostaw w spokoju na 2—3 godziny. Po upływie tego czasu zauważysz, że woda w okolicy mączki szklanej wyraźnie przybrała barwę różową.

Jeżeli Ci się spieszy i nie chcesz czekać 2—3 godzin,

zlewkę z wodą i mączką szklaną ogrzej do wrzenia i utrzymuj stan wrzenia przez 10—15 minut. Efekt będzie ten sam — woda w zlewce przybierze odcień różowy.

Dlaczego tak się dzieje?

Otóż szkło, a zwłaszcza jego gorsze gatunki, nie są bynajmniej całkowicie odporne na działanie wody. Woda, zwłaszcza gorąca, ługuje czyli wymywa ze szkła zawarte w nim tlenki metali, przez co odczyn wody staje się alkaliczny. Oczywiście rozpuszczalności szkła w wodzie nie możemy porównywać z rozpuszczalnością cukru czy soli kamiennej. Tym niemniej szkło, chociaż w sposób niewidoczny, jednak się rozpuszcza, czego dowodem było pojawienie się różowej barwy roztworu.

Dla ścisłości i gwoli uczciwości muszę dodać, że przez daleko idące rozdrobnienie szkła potężnie zwiększyliśmy jego powierzchnię, a tym samym ułatwiliśmy wodzie atak.

O rozpuszczalności szkła w wodzie nie wolno jest zapominać, gdy pracujesz np. z roztworami **wody utlenionej — H_2O_2**, której rozkład katalizuje jony OH^- jak też wszędzie tam, gdzie wymagany jest ściśle obojętny odczyn.

Działanie trawiące na szkło wywierają różne związki, i tak; stężony H_2SO_4 np. w przeciągu doby z 1 m^2 rozpuszcza 0,5 g szkła,
20% HCl rozpuszcza 1,5 g szkła,
5% NaOH rozpuszcza 100 g szkła, a
35% NaOH rozpuszcza ponad 200 g szkła.

Te ostatnie dane są wręcz szokujące, prawda?

Wynika z nich jasno, i to musisz sobie zapamiętać, że szkło nie nadaje się do pracy ze stężonymi roztworami wodorotlenków. To samo dotyczy zresztą i porcelany pokrytej warstwą szkliwa.

Problem szlifów

Z destruktywnym działaniem roztworów wodorotlenków wiąże się sprawa tzw. szlifów, czyli złącz, bądź zamknięć o docieranych powierzchniach. „Najlepszym" sposobem unieruchomienia raz na zawsze docieranego złącza np. chłodnicy, biurety, płuczki, czy też zwykłegc korka szklanego, jest pozostawienie naczynia czy przyrządu napełnionego roztworem lub wręcz parami wodorotlenków. Po paru dniach, na skutek hydrolizy i rozpuszczania się szkła (zwłaszcza w jego ogromnie rozwiniętej szlifowanej powierzchni), docierane złącze zostaje zalane produktami rozpuszczania i raz na zawsze unieruchomione. Po prostu następuje takie zespolenie obu płaszczyzn, że rozebranie chłodnicy, czy wyjęcie korka bez uszkodzenia złącza staje się niemożliwe.

Dlatego też pamiętaj:

— płyny o odczynie alkalicznym, a zwłaszcza stężone roztwory NaOH, KOH, czy NH_3aq przechowywać musisz w pojemnikach z tworzyw sztucznych, np. z polietylenu, PCW, polistyrenu;
— złącza docierane zaraz po skończonej pracy musisz dokładnie umyć i lekko przesmarować wazeliną;
— do miareczkowania cieczy o odczynie silnie alkali-

cznym nie używaj biuret z korkiem szlifowanym, lecz tylko zakończonych gumką i ściskaczem.

A co zrobić z „zapieczonymi" korkami szklanymi — pytasz.

Próba otwarcia powinna wyglądać następująco: szyjkę butelki ogrzewaj w koło dużym świecącym płomieniem gazowym. Następnie obstukaj korek na boki kawałkiem drewna. Ogrzaniem powodujemy rozszerzenie się szyjki w stosunku do zimnego korka.



Jeżeli opisany zabieg nie pomaga, wówczas

— butelki z płynami o odczynie zasadowym wstaw korkiem w dół do naczynia z 3% roztworem **kwasu solnego — HCl,** na 24—36 godzin;
— butelki z kwasami wstaw korkiem w dół do naczynia z 3% wodnym roztworem **amoniaku — NH_3aq;**

— butelki z innymi zawartościami możesz wstawić do naczyń z benzenem, acetonem, denaturatem, czy benzyną.

Dopiero po 24-godzinnym odmoczeniu w jednym z podanych roztworów próbuj zassany korek obrócić, a gdy to nie pomaga, obstukuj go drewienkiem.

Uwaga: Zassanych korków szklanych nie wolno wyjmować „na siłę", to znaczy przez podważanie o krawędź szyjki metalowymi narzędziami.

Obowiązuje specjalizacja

Ja wiem doskonale, że gdy wykonujesz jakieś doświadczenie, to wtedy zawsze okropnie Ci się spieszy i rozcieńczasz kwas w filiżance albo rozpuszczasz sól w wazoniku.

Nie mam zamiaru prawić Ci w tym miejscu morałów, ale czuję się w obowiązku przestrzec Cię, że postępowanie takie było od biedy do zniesienia w chemicznym przedszkolu. Teraz jednak, gdy przychodzą poważne reakcje i złożone operacje, tak postępować już nie wolno.

I służę Ci zaraz konkretnymi przykładami:

— masz zamiar wyprażyć osad w temp. 600—700°C. Bez zastanowienia bierzesz pierwszą probówkę, ogrzewasz i — klapa — całość probówki i preparatu stapia się w szklistą kulkę;

— do sączenia próżniowego użyłeś zwykłej cienkościennej kolbki i nieszczęście gotowe — eksplozja, a ściślej biorąc implozja (jak, w kineskopie odbiornika tele-

wizyjnego). Rozrywa naczynie, niszczy wszystko dokoła, prawdopodobnie kaleczy Ciebie;

- dwie rurki szklane łączysz z trudnością, w końcu jakoś się trzymają. Podczas doświadczenia złącze puszcza i żrąca ciecz się rozlewa;
- ogrzewasz grubościenne naczynie z cieczą, a ono rozlatuje się na kawałki.

Rzecz w tym, że szkło szkłu nierówne, a wykonane z niego wyroby mają ściśle określony zakres zastosowania, który musisz przestrzegać rygorystycznie, jeżeli nie chcesz, żeby on Ci o sobie przypomniał i to w sposób, Twoim zdaniem, bardzo złośliwy. A więc, mój kochany, jak w każdej dziedzinie techniki i nauki, tak i w pracach chemicznych obowiązuje specjalizacja w gatunkach szkieł oraz wykonywanego zeń sprzętu.

Zacznijmy od sprawy gatunków szkieł.

Istnieje ich wiele rodzajów i odmian odznaczających się specjalnymi właściwościami fizykochemicznymi. W zależności od potrzeby, do pracy laboratoryjnej musisz stosować taki gatunek szkła, który jest odpowiedni dla danego procesu, a więc ma odpowiednią:

- odporność termiczną (czyli wytrzymałość na działanie wysokiej temperatury);
- odporność chemiczną;
- bardzo małą rozszerzalność itd.

A oto wizytówki najpospolitszych rodzajów szkieł;

- **szkło sodowe** jest niskotopliwe, miękkie, a więc bardzo łatwe do obróbki, ale też i mało odporne chemicznie, najpospolitsze w sprzedaży, tanie;

— **szkło potasowe** jest trudno topliwe, termicznie odporne, twarde, ale za to mało odporne chemicznie;
— **szkło jenajskie** z NRD jest bardzo odporne na wszelkie chemikalia, trudno topliwe, znosi dobrze szybkie zmiany temperatury;
— **szkło solvit** (szkło krajowe produkcji huty Wołomin), ma właściwości zbliżone do szkła jenajskiego;
— **szkło pyreksowe** (Pyrex) jest szczególnie wytrzymałe mechanicznie, trudno topliwe i znosi doskonale nawet bardzo szybkie zmiany temperatury.

Naczynia wykonane z dobrych gatunków szkła mają z zasady wytrawione na ściankach znaki firmowe oraz cechy określające rodzaj szkła. Najczęściej spotkać się więc możesz z napisem *Silvit* (tzn. polska huta w Wołominie) lub ze szkłami zagranicznymi, przede wszystkim z NRD z napisem *Schott-Jena* lub *Pyrex*. Z kolei aparatura, a więc chłodnice czy płuczki, wykonywane być mogą z rurek posiadających charakterystyczny barwny pasek czarny lub czerwony. W taki właśnie sposób znakowane są rurki wykonane z wysokogatunkowego szkła jenajskiego.

Sprawdzenie danych wytwórcy

Cały ten bądź co bądź ważny rozdział pójdzie w niepamięć, skoro sam nie potwierdzisz doświadczalnie zdobytych tu wiadomości.

Teraz więc będzie praktyczna próba i to próba ogniowa.

Nad gazowym płomieniem albo lampką spirytusową ogrzewaj kawałeczek rurki ze szkła sodowego (rurkę taką zdobędziesz np. w zakładzie produkującym ozdoby choinkowe). Rurka taka, o średnicy 4—6 mm, już lekko ogrzana staje się plastyczna, a więc łatwa do formowania.

Spróbuj taką samą próbę wykonać z rurką ze szkła jenajskiego lub pyreksowego. Tym razem nawet płomień gazowy nie jest w stanie zmiękczyć tych gatunków szkła. Nic dziwnego. Są one przecież przeznaczone do prac w wysokich temperaturach, a więc ogrzane do czerwoności jeszcze zachowuje sztywność.

Teraz z kolei sprawdź jak to jest z tą odpornością na szybkie zmiany temperatury. Ogrzej koniec zwykłej rurki szklanej (ale nie do czerwoności), po czym koniec ten zanurz do wody. Oczywiście koniec rurki rozpadnie się w drobne kawałeczki.

Gdybyś zdobył tygielek czy rurkę kwarcową lub pyreksową, to możesz ją śmiało ogrzać nawet do czerwoności, po czym natychmiast ostudzić w wodzie. Nie ma mowy o pękaniu.

Powiedz mi, dlaczego tak się dzieje?

To, że zwykłe szkło szybko ostudzone lub ogrzane pęka, wie każdy, ale dlaczego?

— ...

Milczysz. Skoro pytanie jest za trudne, pomogę Ci.

Grają tu rolę dwa czynniki: przewodnictwo cieplne i współczynnik rozszerzalności cieplnej.

Szkło z zasady źle przewodzi ciepło, natomiast jego współczynnik rozszerzalności zależy od gatunku, czyli składu chemicznego.

Podczas ogrzewania grubościennego szkła zwykłego zewnętrzna jego warstwa zaczyna się rozszerzać, zaś warstwy głębsze są jeszcze zimne. Występują wówczas naprężenia rozrywające szkło.

Natomiast szkło wysokogatunkowe, a zwłaszcza kwarc, odznaczają się bardzo małą rozszerzalnością. Dlatego naczynia kwarcowe albo peryksowe można szybko ogrzewać lub równie szybko studzić.

Pamiętaj więc, że:

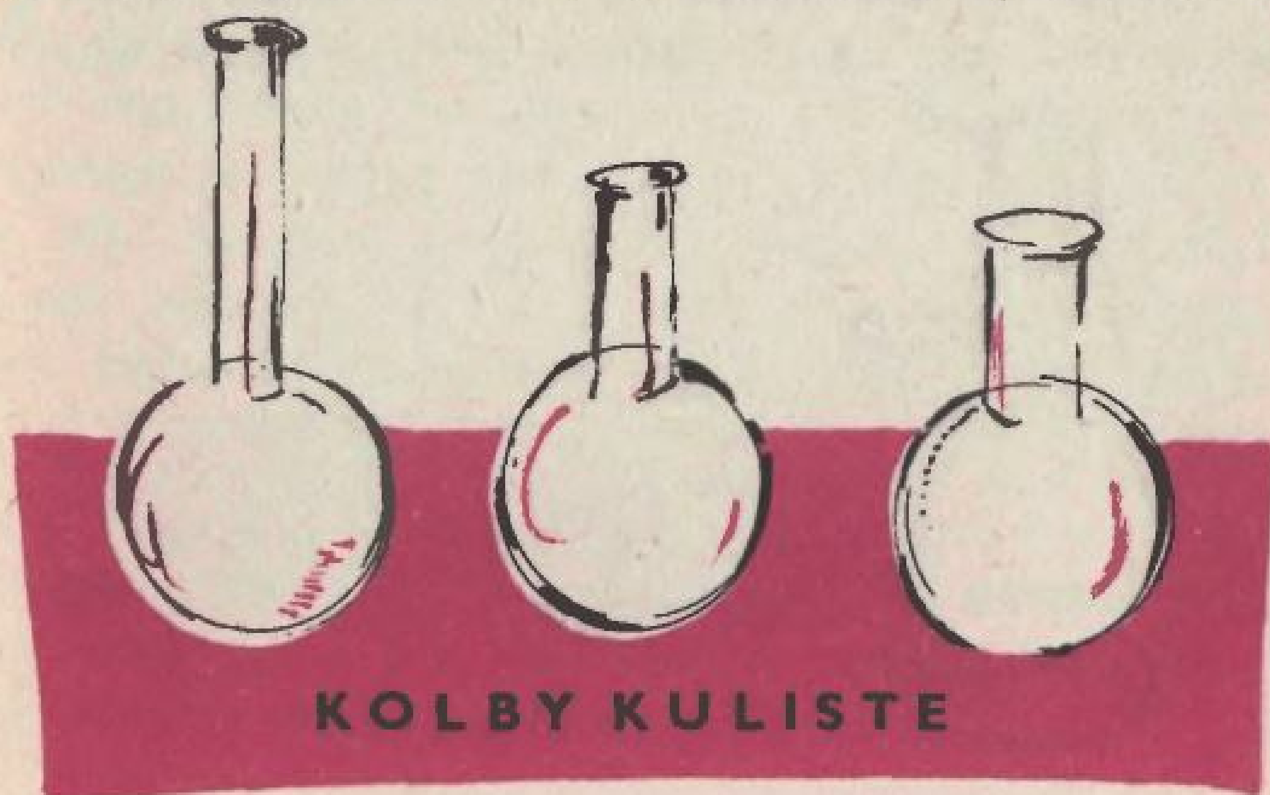
— tego samego gatunku szkło cienkościenne jest o wiele odporniejsze na zmiany temperatur od szkła grubościennego. Dlatego też nie wolno Ci nigdy ogrzewać naczyń ze szkła grubościennego, lanego, a więc butelek, cylindrów, eksikatorów, bo na pewno zabiegu tego nie wytrzymają;
— szkło grubościenne jest natomiast wytrzymalsze od cienkościennego na nacisk i rozciąganie. Dlatego naczynia szklane do prac próżniowych muszą być wykonane ze szkła grubościennego;
— naczynia szklane porysowane lub nadpęknięte (nawet w bardzo małym stopniu) do prac laboratoryjnych się już nie nadają. Są one jak ładunek wybuchowy z opóźnionym zapalnikiem. Mogą więc eksplodować w każdej chwili, a dzieje się to najczęściej w momentach dla nas najmniej pożądanych.

Pozostaje mi dokonać jeszcze prezentacji najważniejszych szklanych naczyń laboratoryjnych, aby nareszcie skończyć z prowizorką i trzymać się zasady: właściwe naczynie na właściwym miejscu. Przypuszczam, że nie pogniewasz się, że opuszczę te najprostsze naczynia, omówione w *Moim laboratorium, cz. I*, jak probówki i zlewki a zacznę od kolb.

Kolby

Stożkowe, powszechnie zwane erlenmajerkami. Są cienkościenne, a więc pamiętaj, nie wolno jest ich używać do prac ciśnieniowych i próżniowych. Przeznaczone są one do prac z roztworami na zimno i na ciepło. Wąska szyjka przyczynia się do małych strat roztworu przez parowanie.

Kuliste. Rozróżniamy płasko- i okrągłodenne, jak też cienko- i grubościenne. Te ostatnie przeznaczone są





KOLBY DESTYLACYJNE

do prac próżniowych, ale bez gwałtownych zmian temperatury.

Destylacyjne. Dzielą się na jedno- i dwuszyjkowe, lecz każda zaopatrzona jest w boczne odprowadzenie. Zgodnie z nazwą służą jako naczynia destylacyjne.

Ssawkowe. Są to grubościenne naczynia przeznaczone do sączenia osadów pod próżnią. O zaletach tej metody przekonasz się osobiście w II dziale tej książeczki.



KOLBA SSAWKOWA



EKSYKATOR

Eksikatory

Grubościenne naczynia przeznaczone do suszenia i przechowywania preparatów w stałej temperaturze i wilgotności.

Lejki sitowe i z wkładką

W lejku sitowym właściwe sączenie odbywa się na krążku bibuły filtracyjnej. Natomiast w lejku z wkładką ceramiczną warstewka spieczonych proszków szklanych zatrzymuje na swojej powierzchni sączony osad. Tego typu lejki polecam zwłaszcza wówczas, gdy zachodzi potrzeba sączenia cieczy żrących, niszczących bibułę, a więc stężonych roztworów H_2SO_4, HNO_3, NaOH itd.

Rozdzielacze i wkraplacze

Oba przyrządy służą do rozdzielania nie mieszających się ze sobą cieczy, jak też i do powolnego dozowania cieczy podczas różnych reakcji.

O pozostałym sprzęcie szklanym pomówimy bliżej w następnych rozdziałach, posługując się już wtedy konkretnymi przykładami, np. przy destylacji próżniowej omówimy kolby Kleisena. Z termometrami zapoznasz się w rozdziale poświęconym wyznaczaniu temperatur charakterystycznych itd.



2 MYCIE SZKŁA LABORATORYJNEGO

Po przeczytaniu tytułu rozdziału, entuzjazmu na Twojej twarzy nie widzę.

— Takie babskie zajęcie — mówisz.

Wiesz, co Ci powiem: jesteś okropnie staroświecki, czyli niedzisiejszy. Dawno już skończył się podział na prace typowe męskie i kobiece. A właśnie chemik powinien być w domu tym, który jest rzecznikiem czystości.

A poza tym, umyć a umyć, to też jest różnica. Nawet zaschnięty garczek po mleku łatwiej umyć niż czasem jedną zlewkę ze starym osadem. W sumie nierzadko mło-

dy chemik może zabłysnąć swoimi wiadomościami w kuchni, np. wiadomościami jak umyć wysoki, cienki szklany wazonik, okropnie od lat zapuszczony.

Małe ABC mycia naczyń

— Nie wiem dlaczego — żali się w swym liście jeden z Twoich kolegów — naczynia moje, zlewki i kolbki, po myciu z reguły pękają. Stwierdziłem to już wielokrotnie.

Zorganizowane przeze mnie śledztwo bardzo szybko wyjaśniło przyczyny pękania szkła. Oto gorliwy eksperymentator brudne naczynia szorował piaskiem. Reszty już chyba łatwo się domyślisz. Drobne, nawet na oko niewidoczne rysy powstające na szkle po piasku czy ostrym proszku, działają tak podstępnie, jak ukryci dywersanci. Potem wystarczy już tylko szybsze ogrzanie czy ostudzenie i trach — szkło pęka.

Pamiętaj więc, że **do mycia szkła i porcelany laboratoryjnej nie wolno używać piasku ani nawet ostrych proszków do szorowania,** np. Jawoxu, zaś **umytych naczyń nigdy nie wycierać od środka** nawet najczyściejszą ściereczką. Szkło musi wyschnąć samo, a jeżeli zachodzi potrzeba wysuszenia świeżo umytego naczynia, wówczas przelej je alkoholem etylowym.

Niebardzo rozumiesz jak to zrobić. Po prostu do suszonego naczynia wlej 96% alkohol etylowy, naczynie potrząśnij i alkohol cały wylej. Jego reszta bardzo szybko wyparuje.

Powróćmy jednak do problemu samego mycia.

SZCZOTKI DO MYCIA NACZYŃ

Przede wszystkim trzymaj się zasady, iż do zabicia muchy wystarczy złożona gazeta, a niekoniecznie trzeba zaraz konstruować elektronicznie sterowany miotacz laserowy. — Zlewki, kolbki, probówki po kwasach lub dobrze rozpuszczalnych solach wystarczy dokładnie przemyć wodą. Problemy zaczynają się wówczas, gdy na ściankach naczyń w trakcie pracy utworzą się naloty, smugi, osady. Aby je usunąć zaczynasz od metod mechanicznych. Do tego celu przydadzą się odpowiednich kształtów szczoteczki, pokazane na rysunku. Natomiast kolby i naczynia, które ze względu na swój kształt nie dadzą się myć szczoteczkami, napełnij do 1/4 pojemności strzępkami gazet i wodą. Przez parominutowe wstrząsanie powstaje zawiesina, która w sposób mechaniczny świetnie czyści powierzchnię szkła.

Jeżeli i to nie pomoże, wówczas osady na szkle próbuj usunąć przemywając kwasem solnym. Rozpuszcza on doskonale naloty tlenków, wodorotlenków, kamienia kotłowego itp.

Do mycia lejków sitowych oraz lejków

z porowatą wkładką szlaną powinieneś stosować **kwas solny — HCl** lub **kwas azotowy — HNO_3**. Pamiętaj, że do mycia lejków z porowatą wkładką szklaną nie wolno jest stosować jakichkolwiek wodorotlenków. Wodorotlenki, a zwłaszcza stężone, zniszczą całkowicie wkładkę. Przystępując do mycia lejka z porowatą wkładką ustaw go w możliwie jak najmniejszej zlewce, wlej kwasu tyle, aby wkładka była zanurzona i ogrzewaj zlewkę pod wyciągiem. **P**

W przypadku osadów bardzo „upartych" możesz zastosować mycie i ogrzewanie w wodzie królewskiej, czyli mieszaninie 3 części kwasu solnego i 1 części kwasu azotowego.

Po ogrzewaniu w kwasach lejek z wkładką musi ostygnąć, po czym płuczesz go nie żałując wody, z tym, że woda musi płynąć w kierunku przeciwnym do kierunku sączenia.

Z prostych i dostępnych środków do mycia szkła laboratoryjnego polecam Ci jeszcze starą poczciwą sodę, czyli **węglan sodu — Na_2CO_3**. Ciepłe, wodne 5—10% roztwory sody w połączeniu z dobrą szczotką usuwają świetnie ze szkła resztki substancji organicznych.

Jeżeli jednak wszystkie wymienione środki zawodzą, wówczas — ale jak zaznaczyłem, dopiero na samym końcu — sięgamy po broń najsilniejszą, najgroźniejszą, którą jest mieszanina chromowa, zwana przez chemików krótko chromianką.

Chromianka, dzięki odczynowi kwaśnemu, a przede wszystkim dzięki swym bardzo silnym własnościom utleniającym, doskonale odtłuszcza szkło oraz usuwa z jego powierzchni większe pospolite zanieczyszczenia.

Zanim jednak podam przepisy na sporządzenie **chromianki,** ostrzegam i przypominam, iż **jest to ciecz nadzwyczaj silnie żrąca i parząca, czyli praca z nią wymaga od Ciebie wielkiej uwagi i ostrożności.**

W porcelanowym moździerzyku utrzyj na drobny pył 10 g **dwuchromianu potasowego — $K_2Cr_2O_7$,** po czym tak otrzymany proszek wsyp do butelki zamykanej korkiem szlifowanym, napełnionej 250 cm^3 stężonego **kwasu siarkowego — H_2SO_4.** Rozpuszczanie $K_2Cr_2O_7$ w stężonym H_2SO_4 trwa długo, nieraz 2—3 doby.

Inny, szybszy sposób sporządzania chromianki polega na zmieszaniu kwasu siarkowego ze stężonym wodnym roztworem dwuchromianu potasowego lub sodowego. W tym celu 25 g jednego z dwuchromianów rozpuść w jak najmniejszej ilości gorącej wody. Chodzi tu o to, aby otrzymać roztwór stężony. Po ostudzeniu roztwór dwuchromianu przelej do kolbki lub dużej zlewki, wstaw do jakiegoś większego naczynia szklanego, porcelanowego lub emaliowanego, po czym ostrożnie mieszając dodaj 250 cm^3 stężonego H_2SO_4.

Ponieważ reakcji mieszania się roztworów towarzyszy wydzielanie znacznych ilości ciepła, całość silnie się rozgrzewa. Właśnie z uwagi na silne rozgrzewanie się **mieszaniny chromowej nie wolno** jest tą metodą

sporządzać jej **bezpośrednio w butelce,** bo ta od razu pęknie.

Wypróbuj teraz działanie otrzymanej mieszaniny chromowej.

W tym celu weź małą zleweczkę i jej wewnętrzną powierzchnię ścianek pocieraj przez parę minut palcami. Następnie zleweczkę napełnij wodą, po czym wodę wylej.



Z łatwością zauważysz, że woda nie zwilżą całej powierzchni szkła, lecz zbiera się w postaci mniejszych lub większych kropelek.

Takie właśnie naczynie szklane, którego ścianek woda nie zwilża całkowicie, uznajemy za brudne i nie nadające się do prac chemicznych.

A teraz, dotykaną przed chwilą palcami zleweczkę napełnij mieszaniną chromową, odczekaj 5 minut, po czym chromiankę zlej ostrożnie z powrotem do butelki. Zleweczkę z resztkami chromianki opłucz dokładnie wodą i obejrzyj. Tym razem resztki wody pokrywają bardzo cienką, jednolitą warstewką ścianki szkła. Ważną w tym zasługę ma chromianka.

Mycie naczyń mieszaniną chromową przeprowadzamy w następujący sposób: zlewkę czy kolbę napełniamy do 1/3 chromianką, po czym obracając powoli naczynie zwilżamy nią całą wewnętrzną powierzchnię ścianek.

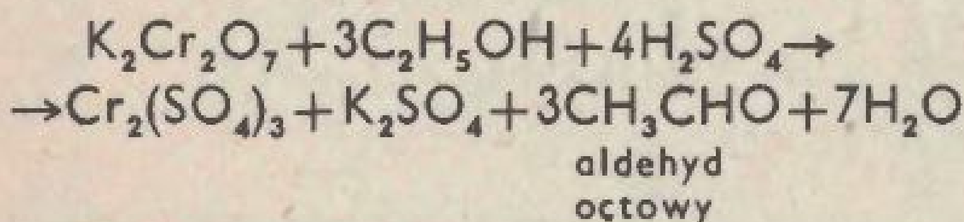
Następnie chromiankę wylewamy ostrożnie, a naczynie bardzo dokładnie płuczemy wodą.

W przypadku bardzo uporczywych zanieczyszczeń, naczynie napełniamy chromianką do pełna i pozostawiamy tak na 10—15 minut.

Pamiętaj jednak, aby mieszaniną chromową nie myć naczyń silnie zanieczyszczonych, zwłaszcza związkami organicznymi. Po prostu na to szkoda chromianki, gdyż Ci się zbyt szybko rozłoży.

A oto doświadczenie ilustrujące właśnie rozkład chromianki. 2 probówki napełnij 2—3 cm³ świeżo sporządzonej mieszaniny chromowej. Do jednej z probówek za pomocą wkraplacza wpuszczaj po kropli denaturat. Po paru minutach, dotychczasowo brunatnoczerwona zawartość probówki wyraźnie zzielenieje.

Reakcję zachodzącą w probówce pomiędzy alkoholem etylowym a dwuchromianem i kwasem siarkowym możemy zapisać następująco:



$$K_2Cr_2O_7 + 3C_2H_5OH + 4H_2SO_4 \rightarrow$$
$$\rightarrow Cr_2(SO_4)_3 + K_2SO_4 + \underset{\text{aldehyd octowy}}{3CH_3CHO} + 7H_2O$$

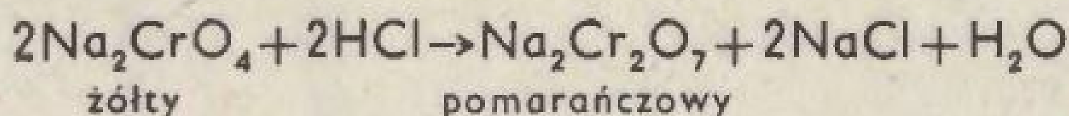
Pojawienie się zielonkawej barwy chromianki sygnalizuje, iż jest już ona całkowicie rozłożona. Barwa świeżej chromianki jest wiśniowobrunatna, dzięki obecności kationów chromu sześciowartościowego Cr^{+6}. Natomiast przy zetknięciu się chromianki ze związkami organicznymi takimi jak papier, alkohol, aceton, kwas szczawiowy itd. następuje ich silne utlenianie. Ponieważ

jednak nic się nie dzieje za darmo, utlenianie odbywa się kosztem chromu, którego kationy się redukują, czyli zmniejszają swą wartościowość z Cr^{+6} do Cr^{+3}. I właśnie kationy trójwartościowe — Cr^{+3} barwią roztwory na zielono.

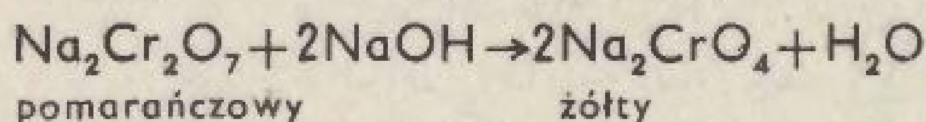
Przy okazji zatrzymania się przy barwnych związkach chromu, warto tu dodać, że istnieją zasadniczo dwa typy bardzo popularnych związków chromu 6-wartościowego. Są to chromiany, np. K_2CrO_4 i dwuchromiany, np. $K_2Cr_2O_7$.

Charakterystyczną cechą tych związków jest zmiana żółtej barwy roztworów na pomarańczową pod wpływem zakwaszania.

Sprawcą zmiany barwy jest powstający dwuchromian. I przeciwnie, jeżeli do pomarańczowego roztworu dwuchromianu dodasz wodorotlenek, wówczas barwa zmieni się na żółtą dzięki powstaniu chromianów.



$$\underset{\text{żółty}}{2Na_2CrO_4} + 2HCl \rightarrow \underset{\text{pomarańczowy}}{Na_2Cr_2O_7} + 2NaCl + H_2O$$



$$\underset{\text{pomarańczowy}}{Na_2Cr_2O_7} + 2NaOH \rightarrow \underset{\text{żółty}}{2Na_2CrO_4} + H_2O$$

Aby zakończyć już sprawę chromianki, przypominam jeszcze, że musisz ją przechowywać w butelce z korkiem szlifowanym.

Smoły i żywice

Ten rodzaj zanieczyszczeń, typowy dla doświadczeń ze związkami organicznymi, jest niestety bardzo kłopotliwy do usunięcia.

Pierwsza i podstawowa sprawa, to mycie naczyń od razu po skończonych doświadczeniach.

Widzę, że uśmiechasz się pod wąsem. Ale... ten się śmieje, kto się śmieje ostatni — jak to wiadomo z filmów kowbojskich, powieści kryminalnych, oraz czasem z życia.



Wiem, że po ciekawycn eksperymentach, a zwłaszcza gdy skończyły się późnym wieczorem, trzeba się okropnie zmuszać, aby rozpocząć zmywanie. Natychmiast po doświadczeniach osady są jeszcze miękkie, pulchne, czyli łatwe do usunięcia. Niech no jednak tylko upłynie kilkanaście godzin, a dzięki zachodzącym reakcjom poli-

meryzacji, polikondensacji czy poliaddycji, osady stają się twarde jak kamień i nierozpuszczalne.

Teraz to już nie ma mocnych, a zaklejoną „na amen" chłodnicę lub rozdzielacz trzeba po prostu wyrzucić. A szkoda, bo gdzie i za co kupisz następną?

Kłopotów i wydatków unikniesz myjąc naczynia od razu.

Wracając więc do smół i żywic, to staraj się użyć do usuwania ich takie rozpuszczalniki:

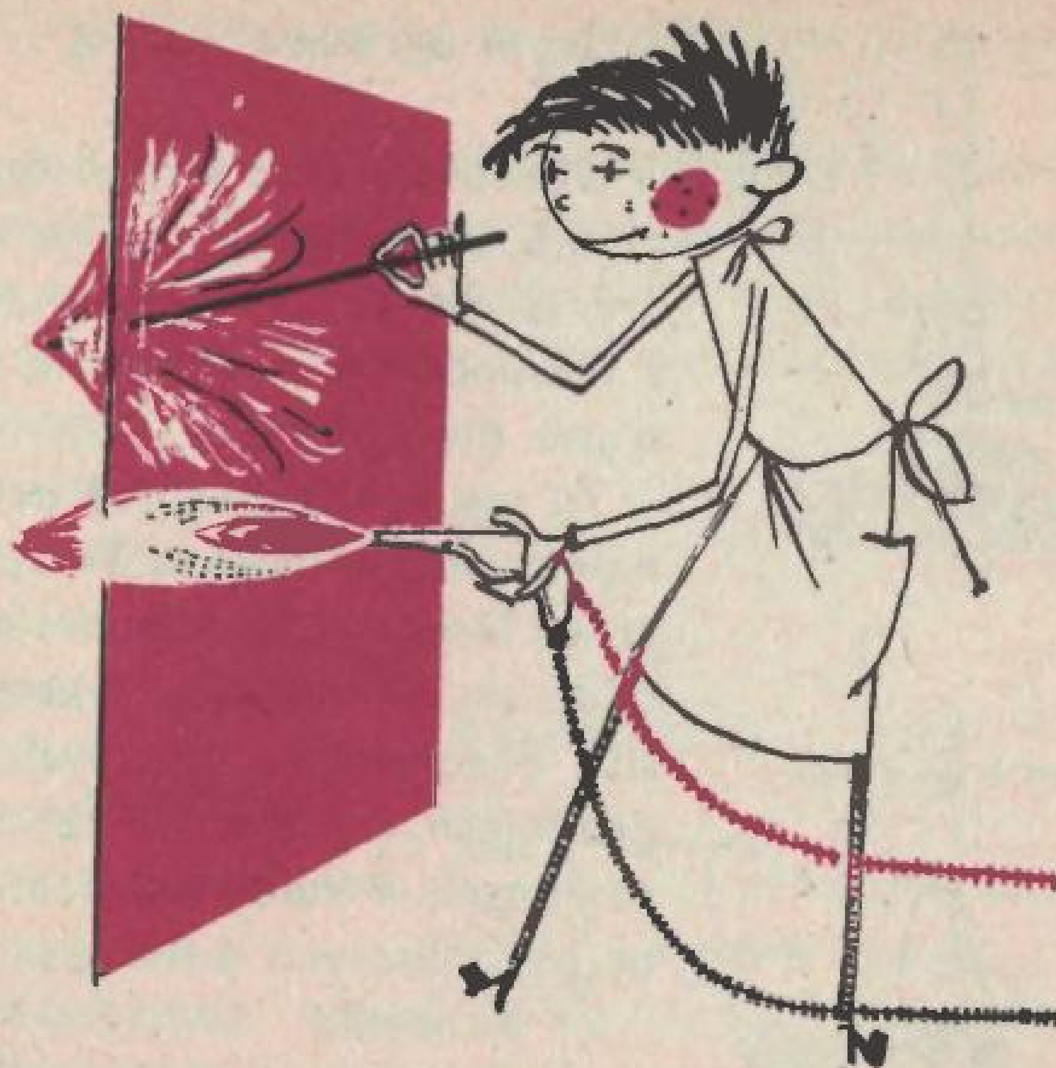
aceton,	chloroform,
alkohol,	ksylen,
benzen,	nafta.

Benzen, ksylen i nafta rozpuszczają dobrze smoły i tłuszcze. Natomiast aceton, alkohol i chloroform dobrze rozpuszczają żywice naturalne i syntetyczne.

Pamiętaj tylko — zabrudzonych rozpuszczalników organicznych, po umyciu nimi naczyń, nie wylewaj. Zlej je do szczelnie zamykanych butelek i zaopatrz odpowiednią nalepką z napisem. W wolnych chwilach będziesz mógł rozpuszczalniki te odzyskać poprzez destylację.

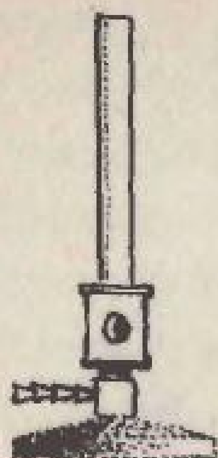
Naczynia umyte nawet najstaranniej rozpuszczalnikami organicznymi, przedstawiają jeszcze bardzo wiele do życzenia i muszą być następnie umyte kwasem lub chromianką.

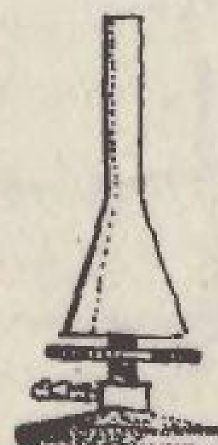
Tyle moich dobrych rad, a teraz zakasuj rękawy, wkładaj fartuch i działaj sam.

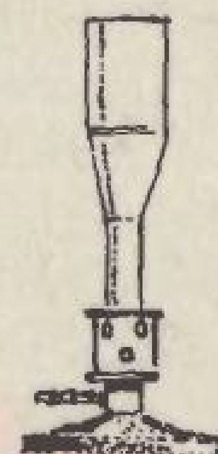


3 OBRABIANIE SZKŁA

Wielokrotnie w swych listach pytałeś się, czym przeciąć butelkę, rurkę, płytkę szklaną, nie bardzo wiedziałeś jak się zabrać do wygięcia rurki, nie mówiąc już o wyciąganiu kapilarek, czy wierceniu otworów, a przecież podstawową umiejętnością w laboratoriach chemicznych jest waśnie wykonywanie najprostszych zestawów szklanych. Wiąże się to z cięciem, gięciem, wyciąganiem i łączeniem różnych elementów szklanych.







Czym ogrzewać szkło?

Obróbka szkła, a więc zginanie bagietek, wyciąganie kapilar czy też łączenie rurek, nierozerwalnie łączy się z koniecznością ogrzania szkła do stanu plastyczności.

Tu muszę powiedzieć otwarcie, że nawet najpiękniejsza Twoja porcelanowa lampka spirytusowa do obróbki szkła się nie nadaje. Dlatego też musisz bazować na zwykłych palnikach gazowych, powszechnie znanych i stosowanych w laboratoriach. Trzy typy najpospolitszych palników systemu

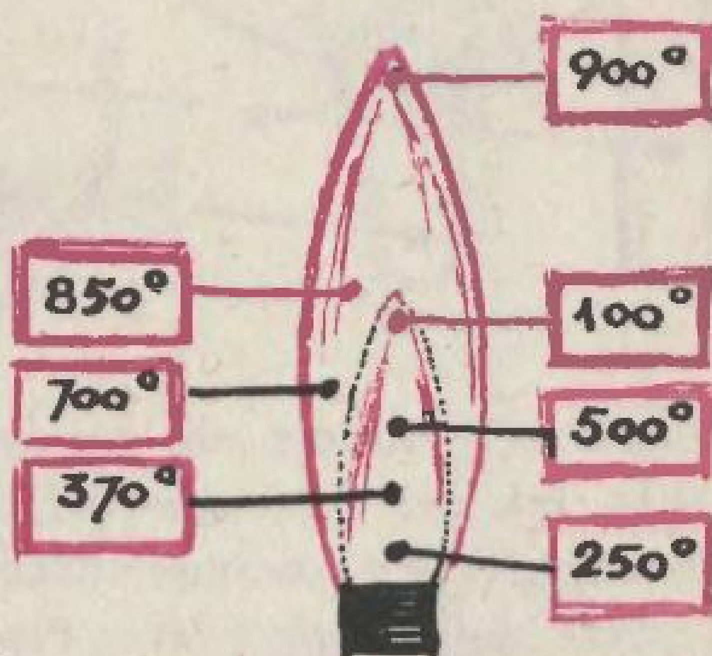
a) Bunsena,
b) Teclu,
c) Mecera

możesz spotkać najczęściej. Po zaopatrzeniu w nasadkę motylkową palniki takie zupełnie nadają się do wykonywania prostych prac szklarskich. Oczywiście tylko wtedy, gdy w grę wchodzą zwykłe gatunki szkła. Musisz o tym dobrze pamiętać, że temperatura mięknięcia zwykłych gatunków szkła wynosi 400—500°C, zaś tzw. szkieł twardych — około 800°C.

Dlatego trzeba się teraz dobrze zapoznać z budową płomienia pal-

nika gazowego i rozkładem temperatury w jego wnętrzu.

Płomień, który powstaje przy spalaniu gazu świetlnego czy ziemnego w strumieniu powietrza, nie jest wcale płomieniem jednorodnym. Możemy w nim zauważyć wyraźne dwa stożki — wewnętrzny i zewnętrzny. Mały stożek wewnętrzny jest wyraźnie zabarwiony na kolor jasnoniebieski, nazywamy go stożkiem świecącym lub redukującym. Większy stożek, zewnętrzny, jest prawie niewidoczny, nazywamy go nieświecącym lub utleniającym.

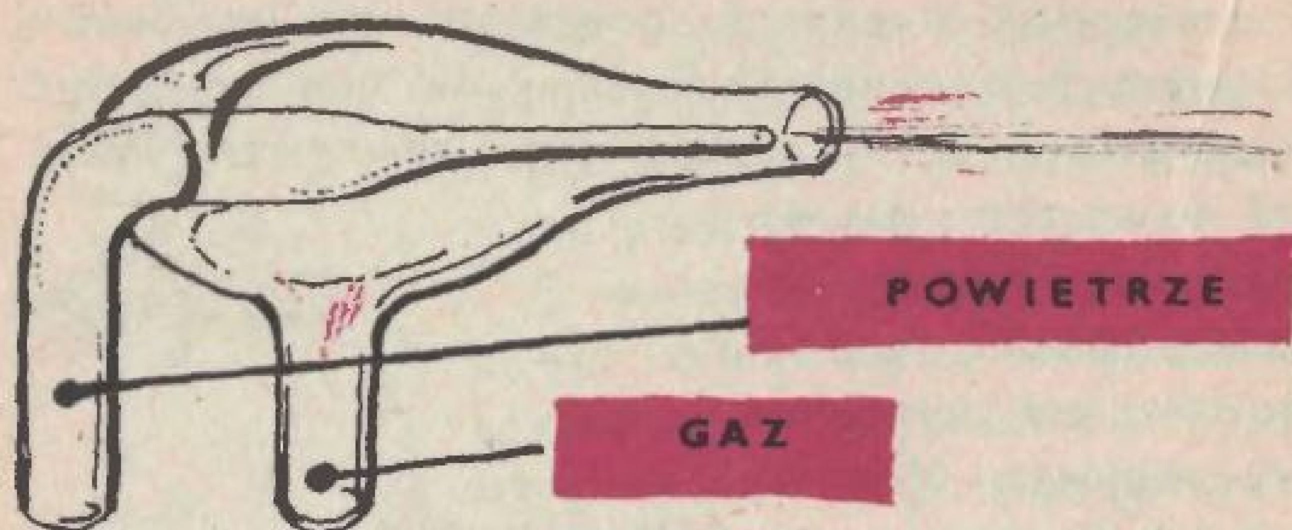


Część redukująca płomienia (wewnętrzna) ma stosunkowo niską temperaturę, gdyż zachodz w nim tylko częściowe spalanie gazu. Część utleniająca (zewnętrzna) jest wysokotemperaturowa, gdyż gaz spala się w niej całkowicie. Rozkład temperatury w płomieniu palnika podaję Ci na rysunku obok.

Jakie płyną dla nas praktyczne wnioski?

Regulując dopływ gazu lub powietrza (zależnie od konstrukcji palnika) możesz zmieniać kształt płomienia i jego budowę. I tak, przy bardzo małym dopływie powietrza otrzymasz płomień duży, świecący o niskiej tem-

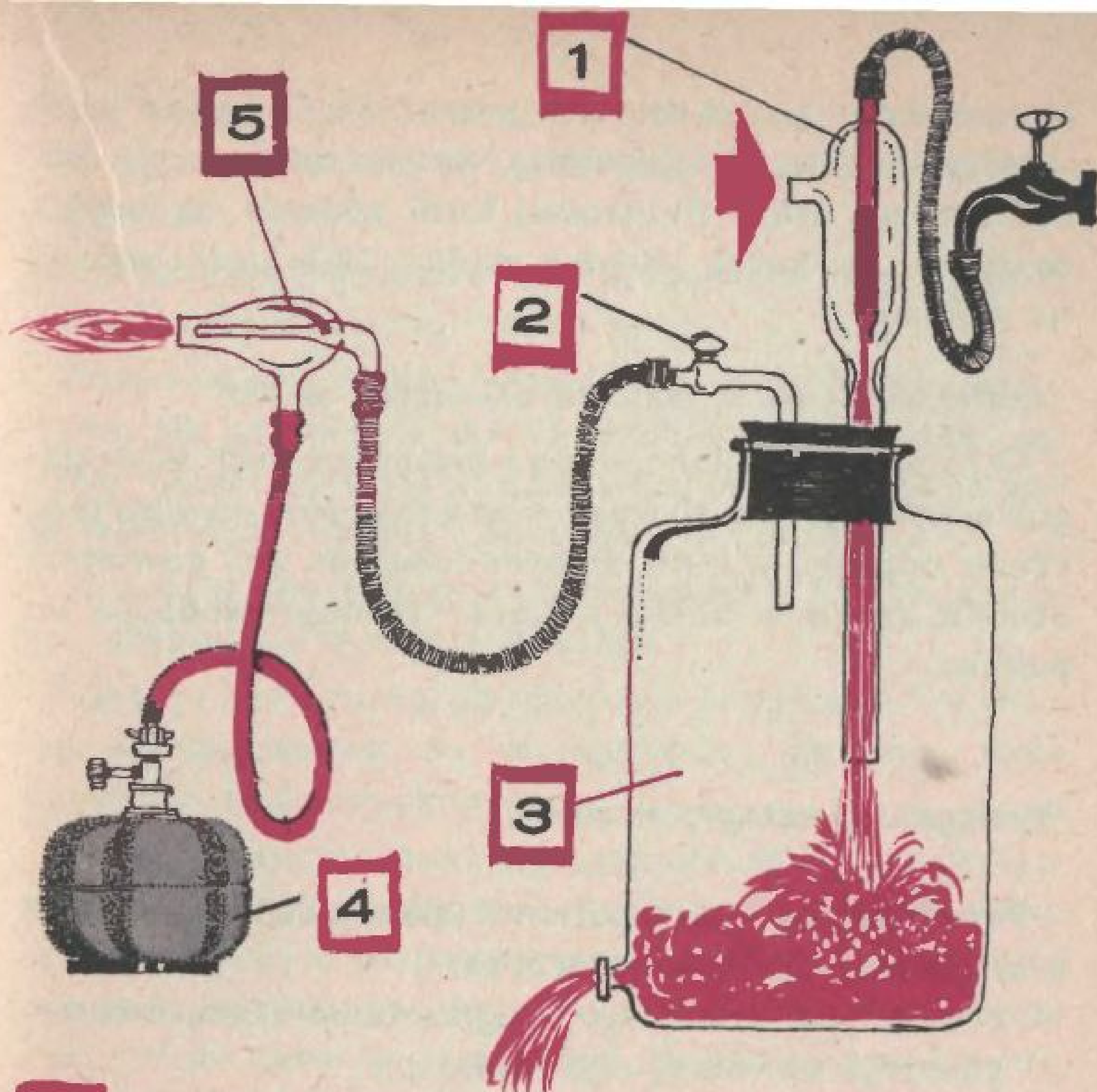
PALNIK DMUCHAWKOWY



peraturze. Nadaje się on do wstępnego ogrzewania szkła, jak też i końcowego odprężania wyrobu już po obróbce. Gdy natomiast chcesz szkło ogrzać silnie, zwiększasz dopływ powietrza. Płomień maleje, ale staje się nieświecący i bardzo gorący.

Zaawansowanych majsterkowiczów, jak również wszystkich tych, którzy pragną opanować kunszt wykonywania nieco już trudniejszych prac szklarskich, do których i Ty, myślę, należysz, zachęcam do zaopatrzenia się we własnej produkcji palnik dmuchawkowy.

W przeciwieństwie do zwykłych laboratoryjnych, palniki dmuchawkowe różnią się sposobem doprowadzania gazu. O ile w laboratoryjnych gaz płynąc doprowadzeniem środkowym porywa i zasysa powietrze, o tyle w dmuchawkowych, powietrze doprowadzane jest przewodem środkowym. Co jest jeszcze istotniejsze, powietrze jest nie porywane, lecz wręcz wtłaczane z zewnątrz.



1 POMPA WODNA

2 REGULACJA PRZEPŁYWU POWIETRZA

3 NACZYNIE — OKOŁO 10 L

4 ŹRÓDŁO GAZU

5 PALNIK

Nie przerażaj się od razu, że potrzebna Ci będzie jakaś sprężarka. Nie. Najzupełniej wystarczy domowy odkurzacz lub układ 10-litrowej butli szklanej ze zwykłą zakładaną na kurek pompką wodną. Układ taki widzisz na rysunku.

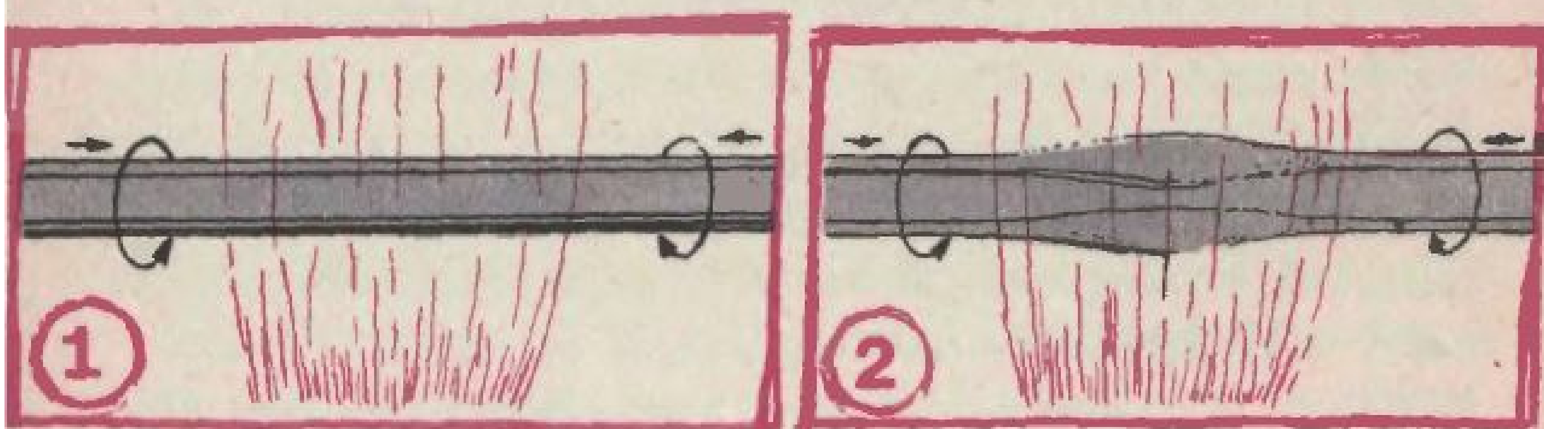
Jesteś więc ciekaw, jak takie urządzenie działa?

Otóż pompa zasilana wodą z kranu instalacji wodociągowej wtłacza do butli wodę wraz z zassanym powietrzem. Woda odpływa z butli dolnym tubusem, zaś powietrze uchodzi rurką w korku i może być doprowadzone do palnika.

Wyciąganie i zatapianie rurek

Podstawowymi czynnościami jakie musisz opanować przy obróbce szkła na gorąco, to:

— umiejętność powolnego rozgrzewania szkła, a następnie jego powolnego chłodzenia,
— umiejętność powolnego, lecz nieustannego obracania w palcach obrabianego przedmiotu.



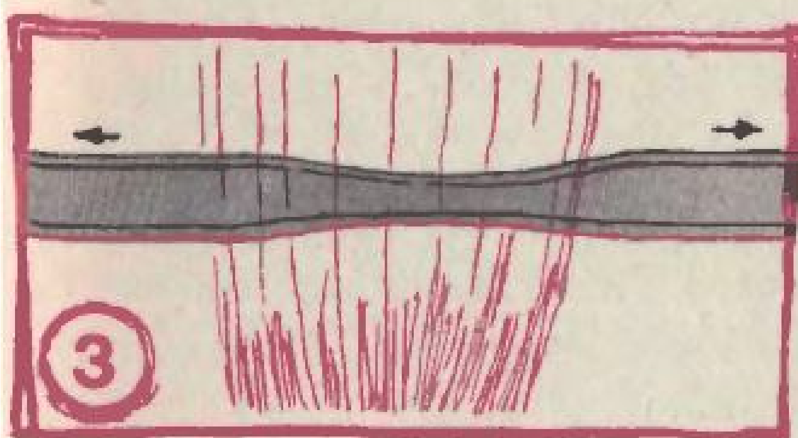
— umiejętność uformowania odpowiedniego płomienia i ogrzewania nim tylko miejsca przewidzianego do obróbki,
— umiejętność równoczesnego dmuchania i rozciągania, bądź też dmuchania i gięcia szkła.

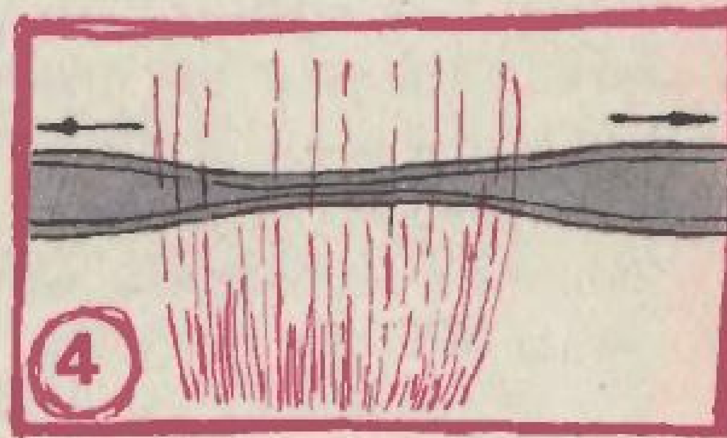
Wszystko to po przeczytaniu wydaje Ci się dziecinnie łatwe, ale gdy przychodzi do wykonania... Zresztą najlepszy nawet opis nie zastąpi własnoręcznie zdobytego doświadczenia, łącznie z poparzonymi palcami.

A teraz w telegraficznym skrócie podam Ci, jak powinno odbywać się wyciąganie rurki.

Czystą i suchą rurkę, po wstępnym podgrzaniu i w miejscu przeznaczonym do wyciągnięcia, ogrzewaj stale obracając aż do zmięknięcia.

Po uzyskaniu już stanu plastyczności szkła, nie przerywając lekkiego ogrzewania i obracania, rurkę lekko ściskaj tak, aby w miejscu przeznaczonym do wyciągnięcia powstało zgrubienie, czyli tzw. skupienie szkła. Teraz rurkę stale obracając, rozciągaj. Szybkości ani siły rozciągania nie da się ściśle określić. Po prostu czynność tę musisz po paru doświadczeniach opanować praktycznie.





Opisane przed chwilą czynności widzisz przedstawione schematycznie na rysunku obok.

Niejako krańcowym przypadkiem przewężania rurek szklanych jest wyciąganie kapilar o średnicy ok. 1 mm. Kapilar takich używa się m.in. do oznaczania temperatury topnienia związków organicznych. Do wyciągania kapilar radzę użyć rurki szklanej o średnicy 6—7 mm i grubości ścianki ok. 1mm. Do ogrzewania wyciąganej rurki najodpowiedniejszy jest palnik z nasadką motylkową.

Po nagrzaniu szkła do stanu plastyczności oba końce rurki rozciągaj ruchem możliwie szybkim na odległość 80—90 cm. W środkowym odcinku otrzymasz wówczas kilkadziesiąt centymetrów kapilary żądanej średnicy.

Kapilarę tę potnij na 5—6 cm odcinki, po czym zatop ich końce z jednej strony.

A oto, w jaki sposób powinieneś zatapiać rurki szklane, aby wykonać np. probówkę.

W przeciwieństwie do poprzednio opisanego wyciągania kapilar, gdy chcesz rurkę zatopić, całą operację przeprowadzasz w płomieniu palnika.

Po stopniowym ogrzaniu rurki wokół miejsca, w którym chcesz ją zatopić, ogrzewaj ostrym płomieniem obracaną w palcach rurkę w miejscu zaplanowanego zatopienia. Gdy szkło już jest plastyczne, aby wolny koniec rurki odciągany był płynnie, bez zrywów i szarpnięć, a zarazem dostatecznie szybko.

W pewnym momencie następuje samorzutne przetopienie się przewężenia, wówczas nie przerywając ogrzewania obracasz rurkę tak, by szkło rozpłynęło się możliwie równomiernie na zatopionym już końcu rurki. Jeśli

mimo to na samym końcu rurki utworzy się kulkowate zgrubienie, musisz je rozprowadzić przez silne ogrzanie i lekkie rozdmuchanie końcówki.

Jak tniemy szkło?

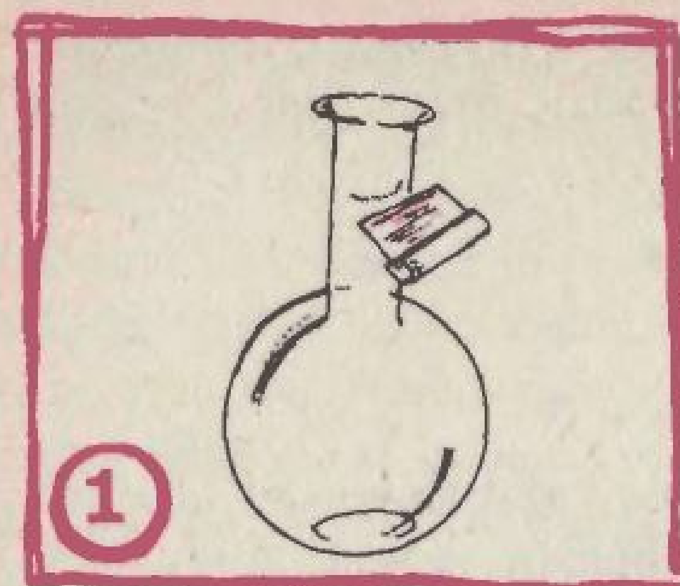
Przechodzimy teraz do sprawy podstawowej, jaką jest cięcie szkła. Tak zwane szkło płaskie, a więc szyby, tniemy za pomocą diamentu lub stalowym kółkiem. Gdy posługujesz się diamentem, nie wolno go silnie przyciskać. Rysa pozostawiona przez diament jest bardzo cienka, niemal niewidoczna. Tym niemniej spełni ona doskonale swoje zadanie. Mianowicie, gdy szybę z naciętą rysą położysz rysą do góry, równolegle do krawędzi stołu i lekko naciśniesz obie części, szyba pęknie równiutko wzdłuż rysy.

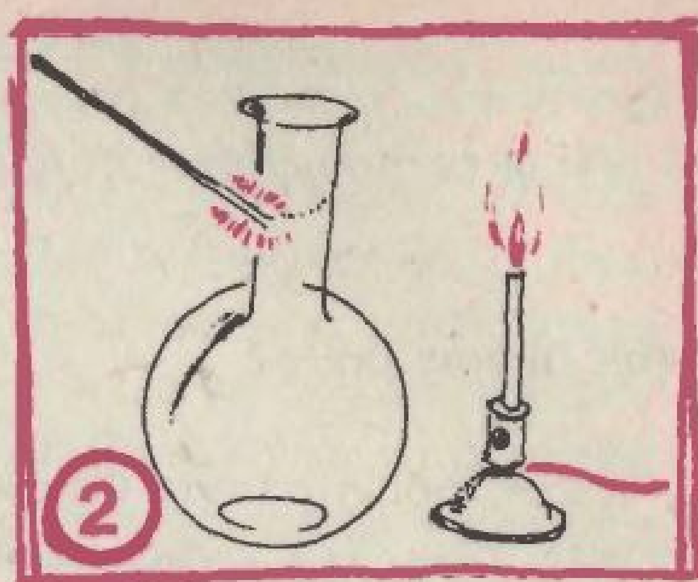
Diamentem można jednak ciąć tylko szkło cienkie, do 4 mm.

Podobnie odbywa się cięcie szyb kółkiem stalowym. Tym razem jednak nacisk musi być większy. Po prostu musisz nabrać wprawy i poczuć, w którym momencie kółeczko zaczyna ciąć szkło. Rysa pozostawiona przez kółko jest o wiele szersza od diamentowej.

Jeżeli wypadnie Ci ciąć szkło grube, 5—8 mm, wówczas używać można tylko kółko stalowe, przy czym dla ułatwienia cięcia, właściwe miejsce zwilżasz terpentyną.

Jednak w naszej praktyce laboratoryjnej o wiele częściej zachodzi potrzeba cięcia nie szkła płaskiego, lecz różnej średnicy rurek i bagietek. Zapamiętaj, że do tych



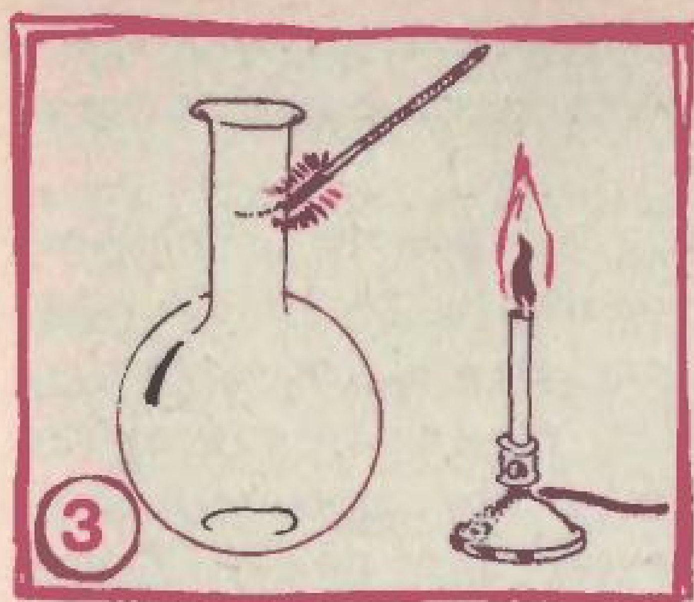


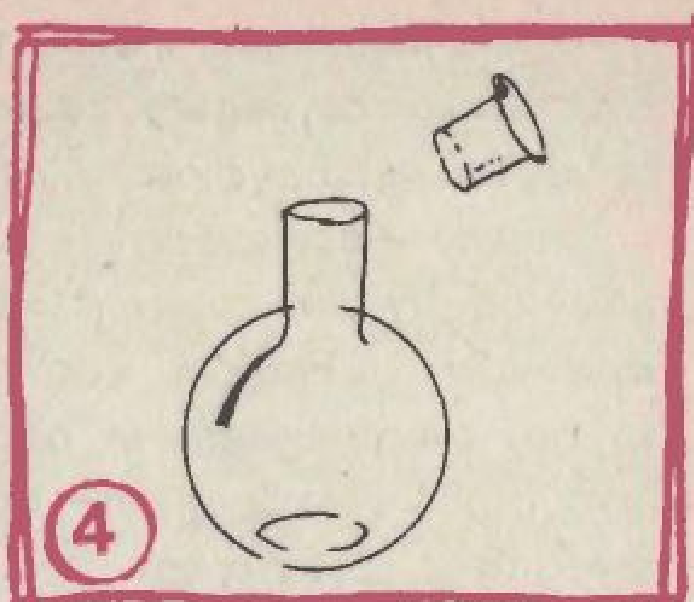
celów nie jest Ci wcale potrzebny diament, ani nawet stalowe kółko. Do nacinania małej rurki i to dosłownie na maleńkim odcinku obwodu tej rurki czy bagietki, wystarczy nowy, ostry pilniczek trójkątny, nowa piłka do metalu lub drobnoziarnista osełka korundowa (czerwona lub ciemnoniebieska).

W miejscu, w którym chcesz uciąć rurkę nacinasz małą rysę. Następnie rurkę, ewentualnie bagietkę bierze się oburącz (rysą w dół) i rozciągając jednocześnie łamie. Podkreślam to wyraźnie — rurki nie wolno jest w ręku tylko zginać, gdyż prawdopodobnie pęknie w niepożądanym miejscu i jednocześnie może Ci skaleczyć ręce. Natomiast przy ruchu rozciągającym rurkę i jednocześnie zginającym, rurka powinna pęknąć w naciętym miejscu.

W opisany sposób możesz ciąć tylko rurki cienkie, tj. do średnicy 14—15 mm. Natomiast gdy wypadnie Ci ciąć rury o większej średnicy lub np. szyjkę kolby, wówczas trzeba zastosować już nieco inną technikę.

Tutaj nacięta rysa musi obejmować ok. 1/4 obwodu rury. Po wykonaniu takiej rysy, w płomieniu palnika





ogrzewasz do czerwoności i do zmięknięcia koniec bagietki szklanej, po czym ten ogrzany koniec przytykasz do jednego z końców rysy na wyrobie szklanym. Po chwili, gdy koniec bagietki już ostygnie, ogrzewasz go ponownie i przykładasz do drugiego z kolei końca rysy. Kolejne szybkie zmiany temperatury wywołują powstanie w szkle bardzo silnych naprężeń i rurka pęknie w zarysowanym miejscu. W razie potrzeby ogrzewanie można powtórzyć.

Do cięcia rur szklanych zamiast bagietki posłużyć się możesz mikropalnikiem gazowym, lub 3—4 mm drutem odpowiednio wygiętym i ogrzanym do czerwoności.

Zarówno mikropalniczek jak też i drut mają za zadanie lokalne ogrzanie rury w miejscu rysy.

Po cięciu konieczne jest obtapianie

Czynnością niejako automatycznie następującą po cięciu rurek i bagietek musi być obtapianie.

Mój drogi, zapowiadam Ci, że tu nie pomogą żadne

wykręty, obietnice, nawet pośpiech. Kodeks pracy laboratoryjnej przewiduje, że każda rurka czy bagietka zaraz po cięciu musi być obtopiona.

Smutne doświadczenia wielu już pokoleń chemików udowodniły, że częste i zdawałoby się zupełnie niespodziewane pęknięcia kolbek czy zlewek, powodowane są np. nieobtopieniem bagietki. Wystarczy mianowicie pomieszać nieobtopioną bagietką, aby zupełnie niedostrzegalnie zarysować ścianki czy dno zlewki. Reszty już się chyba sam domyślasz.

Podobnie nieobtopione rurki kaleczą nie tylko nasze dłonie (no, ale skóra się przecież zagoi), ale i wnętrza węży gumowych czy z polichlorku winylu. I znowu nie wiemy kiedy i w jakich okolicznościach pęknie tak uszkodzony wąż, albo co najmniej pokaleczone wewnętrzne ścianki uniemożliwiają szczelne połączenie gumy ze szkłem.

Do obtapiania końcówek bagietek i rurek konieczny jest palnik gazowy. Możesz również z powodzeniem wykorzystać w tym celu turystyczną kuchenkę na płynny gaz propan-butan lub zwykłą kuchenkę domową.

Rurki czy bagietki przeznaczonej do obtopienia nie wolno Ci jest wprowadzać od razu do płomienia, ponieważ pęknie. Dlatego koniec rurki trzymasz przez chwilę w górze nad płomieniem, przy czym musisz rurkę nieustannie obracać. Gdy koniec jest już lekko ogrzany, nie przestając obracać, wprowadzasz koniec rurki stopniowo do coraz gorętszej strefy płomienia tak długo, aż brzegi zmiękną i zaokrąglą się. W końcu rurkę lub bagietkę musisz powoli ostudzić, aby nie pękła.

W przypadku rur o dużej średnicy, których obtapianie byłoby trudne, ostre krawędzie szlifujemy na mokro osełką korundową lub piaskowcową.

No a teraz, tak już na zakończenie tej sprawy, powiedz mi, na czym to, Twoim zdaniem, polega obtapianie końcówek rurek czy bagietek?

— Na odpowiednim ogrzewaniu w płomieniu gazowym — odpowiadasz wręcz zdumiony moim pytaniem.

Zgoda, ale ja swoim zwyczajem pytam, dlaczego tak się dzieje, jakie zjawiska fizykochemiczne odgrywają tu rolę? Ponieważ milczysz, zacznijmy z innej beczki.

Czy widziałeś kiedyś krople wody sześcienne, bądź w ogóle prostopadłościenne?

Śmiejesz się z mojego pytania, ale to mi nie wystarcza za odpowiedź.

Oczywiście, kropli tego kształtu nikt nie widział, a to dlatego, że w roztworach działają siły napięcia powierzchniowego. Właśnie napięcie powierzchniowe sprawia, że każda kropelka cieczy przybiera najmniejszą możliwie objętość, a jak wiemy, jest nią kula.

— Jaki jednak ma to związek z obtapianiem szkła — pytasz.

A czymże jest szkło? — przypomnij sobie.

Tak, tak, jest przechłodzoną cieczą. Nie żadnym krystalicznym ciałem stałym, lecz oziębioną, a więc silnie zgęstniałą cieczą. Dopiero po odpowiednim ogrzaniu szkło mięknie, przybiera postać cieczy. Wtedy dochodzą do głosu siły napięcia powierzchniowego i one to właśnie sprawiają, że ostre poprzednio krawędzie stają się gładkie i zaokrąglone.

Cięcie butelek i słojów

W naszej praktyce laboratoryjnej często stajemy przed problemem, jak i czym obciąć szyjkę lub dno butelki, czy też słoja. A więc np. gdy chcesz wykonać cylinder do zbierania gazów, przyrząd do elektrolizy, czy też wytwornicę gazów, pracę trzeba rozpocząć właśnie od obcięcia dna butelki. Zresztą umiejętność cięcia czy rozcinania butelek przydaje się nie tylko chemikom. Np. z połówki cylindra uzyskanego z obcięcia szyjki i dna kolorowej butelki, możesz wykonać ładną nocną lampkę.

Nie wiadomo kiedy i skąd narodził się zupełnie niefortunny pomysł cięcia butelek przy zastosowaniu płonącego sznurka. W opisie czynność ta wygląda nad wyraz prosto i przekonywająco. Oto na butelce, w miejscu przewidzianego cięcia, zawiązuje się obrączkę ze sznurka nasyconego benzyną lub spirytusem. Po zapaleniu sznurka szkło nagrzewa się tylko lokalnie w miejscu tej płonącej obrączki, a polane zimną wodą — równiutko pęka. Uprzedzam, iż niestety w praktyce wygląda to nieco inaczej. Jeżeli sznurek nasycisz zbyt skąpo benzyną, pali się źle. Gdy za obficie — powstaną płonące zacieki na szkle. Dalej płomień na bokach butelki szerokim językiem obejmuje szkło. W sumie nagrzewane nie jest wcale miejsce właściwe i stąd też po polaniu wodą szkło pęka w różnych kierunkach. Dlatego, przestrzegając przed metodą płonącego sznurka, polecam Ci metodę inną, a mianowicie cięcie przez tarcie sznurkiem.

Zaznaczam jednak, że metoda cięcia przez tarcie sznurkiem wymaga dobrej kondycji fizycznej.



CIĘCIE BUTELKI

Przystępując do cięcia, na butelce przymocuj dwie opaski wykonane np. ze skórzanego lub parcianego paska. Opaski muszą być umieszczone zupełnie blisko siebie w takiej odległości, aby pomiędzy nimi mógł się przesuwać swobodnie cienki, lecz mocny sznurek. Jeden koniec 2--metrowego odcinka sznurka mocujesz na stałe, np. do klamki. Na butelce w miejscu przeznaczonym do cięcia wykonujesz ze sznurka pętlę. Drugi koniec sznurka ujmujesz w lewą rękę, zaś prawą trzymasz butelkę i wykonujesz energiczne ruchy wzdłuż sznurka tak, aby tarł on o szkło. Im silniej naprężysz sznurek lewą ręką, tym silniejsze nastąpi tarcie. Najlepiej jest trzeć butelkę o sznurek, trzymając ją poziomo oburącz, ale wówczas koniec sznurka musi trzymać kolega.

Po 2—3 minutach bardzo energicznego poruszania butelką, zdejmujesz ją z pętli sznurka i od razu polewasz zimną wodą. Jeżeli powierzchnia tarcia sznurka o szkło była odpowiednio ograniczona opaskami, a samo szkło zostało należycie ogrzane, wówczas butelka pęka równo, jak obcięta nożem.

Ten sam cel możesz osiągnąć ogrzewając butelkę jednym zwojem elektrycznego uzwojenia grzejnego. Trzeba tylko pamiętać o bardzo powolnym podnoszeniu temperatury drutu.

Obcinanie szyjek czy denek butelek możesz przeprowadzić i metodą stosowaną do cięcia grubych rur szklanych.

W tym celu w miejscu przeznaczonym do cięcia trójkątnym pilnikiem lub nową piłką do metalu wykonujesz rysę. Pamiętaj jednak, że rysa musi być nacięta na całym obwodzie butelki czy słoja i to tak, aby nie wytworzyła sinusoidy, a początek i koniec jej spotkały się ze sobą.

Po nacięciu, rysę musisz ogrzać. Wykorzystać do tego możesz elektryczne uzwojenie grzejne, mikro, ale taki naprawdę mikropalniczek gazowy, lub też półpierścień wykonany z grubego drutu miedzianego. Półpierścień taki ogrzewasz w płomieniu, po czym kładziesz go na rysę. Oczywiście promień wygięcia drutu musi być nieco większy od promienia ciętej butelki.

Tu przypominam, że krawędzie obciętej butelki czy słoja też trzeba od razu wygładzić szlifując je mokrą osełką korundową lub piaskowcową.

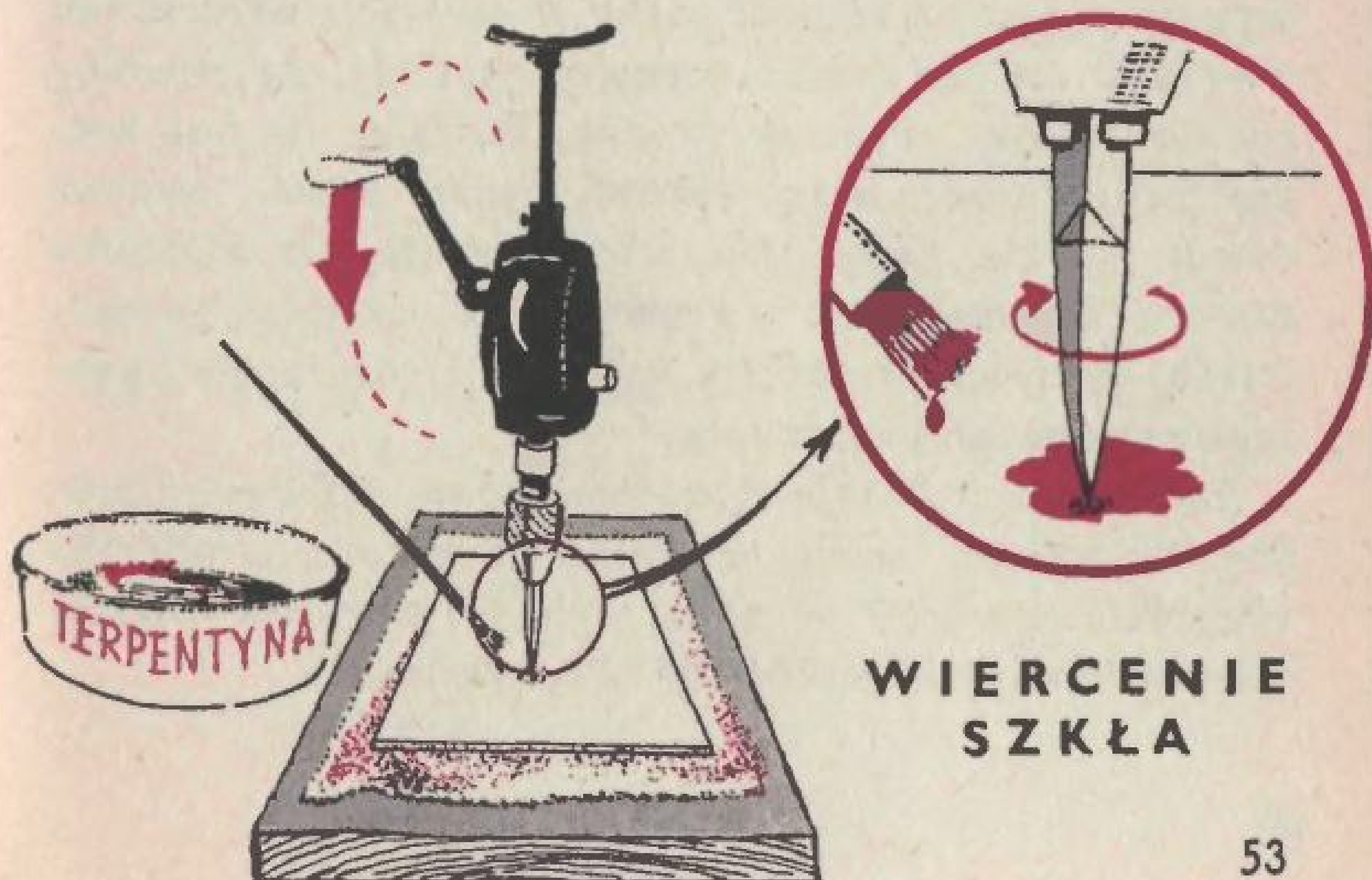
Względy bezpieczeństwa wymagają, aby właśnie opisane czynności wykonywać w rękawiczkach, np. skórzanych, aby uchronić ręce przed pokaleczeniem w przypadku stłuczenia się butelki. Bo pamiętaj, proszę, że nim nabierzesz wprawy, której Ci nic nie zastąpi, nieraz posypie się szkło w Twoim laboratorium. Wtedy poczujesz na własnej skórze jak łatwo, głęboko i niepostrzeżenie kaleczy ono ciało.

Wiercenie otworów

Często przy wykonywaniu ozdobnej lampy z butelki, abażuru, osłony czy innego elementu szklanego, zachodzi potrzeba wywiercenia otworu czy otworów. Wówczas ta drobna na pozór czynność urasta do problemu.

Jeżeli żądany przez Ciebie otwór ma być mały, a więc średnicy nie przekraczającej 2—3 mm, wówczas wiercisz go po prostu za pomocą odpowiedniego wiertła. Wiertło takie najlepiej jest wykonać ze starego pilnika trójkątnego. Na szlifierce lub na toczaku zaostrz jego koniec tak, aby otrzymać ostry szpic o trójkątnym przekroju. Następnie sam koniec ostrza musisz zahartować.

Uprzedzam, że najtrudniejsze jest rozpoczęcie wiercenia otworu, gdyż wiertło ześlizguje się po szkle. Dlatego też powierzchnię szkła musisz wcześniej zmatować w tym miejscu, trąc ją np. osełką.



WIERCENIE SZKŁA

W pożądanym miejscu ustaw wiertło i lekko naciskając obracaj nim w obie strony. Aby zapobiec nagrzewaniu się, które może spowodować pęknięcie szkła, wiertło musi pracować stale zwilżone wodą lub lepiej terpentyną. Wiertło się tępi, trzeba je więc w miarę pracy ostrzyć i hartować. Oczywiście tak wykonane wiertło osadzić możesz w wiertarce ręcznej. Ręczna wiertarka elektryczna z powodu wysokich obrotów się tu nie nadaje.

Drugą metodę wiercenia stosuje się przy wierceniu otworów o większej już średnicy. Jeżeli chcesz otrzymać np. w butelce czy płytce szklanej otwór ⌀ 10 mm, wówczas dobierasz rurkę o średnicy 9 mm, stalową lub mosiężną.

Teraz miejsce przyszłego otworu matuje się przez pocieranie osełką, ustawia pionowo rurkę, podsypuje proszek ścierny rozrobiony wodą i zaczyna powoli obracać rurkę w obie strony, lekko ją dociskając. Oczywiście najwygodniej jest umocować rurkę w uchwycie tokarni lub wiertarki i w ten sposób zapewnić jej stały, ale powolny ruch obrotowy. Proszek ścierny, dostając się pod krawędź rurki podczas jej obrotu, będzie powoli wycinał otwór w szkle. Oczywiście trwa to dłużej niż wiercenie otworu w metalu lub w drewnie, ale pamiętaj, że nadmierny pośpiech czy nacisk spowoduje rozgrzanie i pęknięcie szklanego przedmiotu.

Rurka musi być stale chłodzona wodą z zawiesiną proszku ściernego. Musisz również pamiętać, iż podczas wiercenia otworów w szkle szybkość obrotów wiertła nie powinna przekraczać 100 obr./minutę.

Na zakończenie chcę Ci jeszcze powiedzieć, że właśnie metodą obracającej się rurki doskonale możesz wiercić otwory nie tylko w szkle, ale również i w ceramice. Jest to szczególnie ważne w przypadku, gdy np. z pięknego ceramicznego wazonu zechcesz wykonać lampę i zdecydujesz się zrobić w niej otwór do przeprowadzenia przewodu.



4 ZDOBIENIE SZKŁA

Tak to już jest na świecie, że apetyt rośnie w miarę jedzenia. — Umiesz wykonać podstawowe czynności związane z obróbką szkła, to jest cięcie i obtapianie, więc rozglądasz się za czymś nowym, ciekawym. Jednym słowem, interesuje Cię, co by tu jeszcze z tym szkłem dało się zrobić.

A może tak udałoby się szkło zdobić, upiększać, matować, słowem urozmaicać jego powierzchnię?

Tak między nami mówiąc, to tylko niektóre z technik zdobienia szkła mają jakieś zastosowanie w praktyce la-

boratoryjnej, ale nie będziemy tutaj robili jakiegoś sztywnego podziału, omówimy co się da, a gdzie umiejętności te wykorzystasz, to już Twoja sprawa.

Jak i czym srebrzymy szkło?

Z góry w tym miejscu ostrzegam, że teraz jednym z podstawowych warunków powodzenia będzie czystość. Dotyczy to zarówno samych odczynników oraz roztworów, jak też i przeznaczonych do srebrzenia powierzchni szkła.

Zacznijmy więc od szkła. Gorąca woda, mydło i szczoteczka przydadzą się zawsze. Następnie swój przedmiot szklany, w celu ostatecznego już odtłuszczenia zanurz do mieszaniny chromowej, bądź też napełnij go nią, jeżeli przedmiot ma być srebrzony od środka.

Po 10—15 minutach zlej mieszaninę chromową, przedmiot opłucz pod bieżącą wodą, a następnie, ale to **koniecznie, przemyj wodą destylowaną.**

Teraz powierzchni szkła nie wolno Ci dotykać rękami, a przedmiot powinien być od razu srebrzony.

W tym miejscu też przypominam, że do sporządzania roztworów do srebrzenia musisz bezwzględnie używać wody destylowanej.

W skład wszystkich recept na chemiczne srebrzenie szkła wchodzą:

1 — alkaliczny amoniakalny roztwór **azotanu srebra — $AgNO_3$;**
2 — roztwór redukujący.



Reduktorami mogą tu być: inwertowany cukier spożywczy, czyli sacharoza, formaldehyd, czyli formalina, sole kwasu winowego, a więc np. winian sodowo-potasowy, hydrazyna czy też trójetyloamina. Z uwagi na trudną dostępność odczynników, tu omówimy własności redukujące tylko trzech pierwszych związków.

A teraz jeszcze jedna bardzo ważna uwaga. Nie wolno przechowywać amoniakalnych roztworów $AgNO_3$, ponieważ mogą eksplodować. Wykonuje się więc je bezpośrednio przed srebrzeniem, po czym natychmiast po pracy, do reszty nie zużytego roztworu musisz dodać kwas solny, aby wytrącić **chlorek srebra — AgCl.**

Wracamy jednak do prac laboratoryjnych.

Przygotować musisz oddzielnie dwa roztwory: soli srebra i cukru.

Roztwór 1, czyli roztwór soli srebra. Przygotowujesz go bezpośrednio przed samym srebrzeniem. Składa się

on z trzech roztworów, które sporządzasz oddzielnie w ilości zależnej od wielkości srebrzonej powierzchni:

a — 2 g **azotanu srebra — Ag NO_3**, w 100 cm^3 destylowanej wody;

b — 2 g **wodorotlenku potasu — KOH**, w 100 cm^3 destylowanej wody;

c — wodny roztwór **amoniaku** (stężony) — **NH_3aq**, 25%.

Bezpośrednio przed srebrzeniem, w zależności od wielkości powierzchni w centymetrach kwadratowych, którą pragniesz pokryć, bierzesz według tabelki tyle roztworu *a*) i *b*), aby zawartość azotanu srebra w jednym, a wodorotlenku w drugim, odpowiadała tej ilości gramów, jaką podaje poniższa tabelka.

Ile czego na jaką powierzchnię?

Średnica [cm]	Powierzchnia [cm^2]	Roztwór 1		Roztwór 2
		a — $AgNO_3$[g]	b — KOH[g]	cukru [cm^3]
50	1962	15	7,5	85
25	491	11	5,5	65
20	314	7	3,5	41
15	177	4,0	2,0	25
10	78,5	1,2	0,9	10
5	19,6	0,5	0,25	3

Do odmierzonej ilości roztworu *a*) dodajesz, ale koniecznie powoli, kroplami wodnego roztworu **amoniaku — NH_3aq**. W pierwszym momencie wytrąci się czarny osad wodorotlenku srebra. Mieszając stale roztwór pręcikiem szklanym dodajesz dalej kroplami wodn. roztw.

amoniaku aż osad rozpuści się, a ciecz sklaruje. Wtedy wlewa się odmierzoną ilość roztworu *b*). Znów strąci się czarny osad, który również rozpuść, dodając kroplami wodorotlenek amonu, stale mieszając. Musisz jednak unikać nadmiaru wodorotlenku, bo inaczej lustro nie będzie miało dobrego połysku.

Roztwór 2, czyli roztwór cukru. W 1000 cm^3 wody destylowanej rozpuść 90 g sacharozy (cukru spożywczego).



Po rozpuszczeniu cukru dodaj 5 ml stężonego **kwasu azotowego — HNO_3**, po czym całość gotuj przez 5 minut. Gdy rozwór już ostygnie, dodaj 175 cm^3 alkoholu etylowego i przelej do butelki ze szlifowanym korkiem. Ten roztwór możesz przechowywać nawet 2—3 miesiące.

A teraz do czystego i suchego naczynia szklanego lub kamionkowego połóż czysty już przedmiot przeznaczony do srebrzenia i nalej odpowiednią ilością roztworu 2, a następnie szybkim ruchem ręki nalej taką samą ilość roztworu 1 tak, aby przedmiot został pokryty. Oba

roztwory winny posiadać temperaturę 17—20°C. Od momentu wlania obu roztworów naczynia nie wolno poruszać ani wstrząsać. Ogrzewanie roztworów w czasie srebrzenia przyspiesza sam proces osadzania się srebra, ale warstwa jest wtedy nierówna i łatwo się złuszcza. Po około 20 minutach proces srebrzenia jest zakończony — przedmiot wyjmujemy i dokładnie spłukujemy czystą wodą.

Podany sposób dotyczy srebrzenia szkieł płaskich, np. luster. Nieco inaczej odbywa się srebrzenie np. bombek lub wnętrza probówki, zlewki czy kolbki.

Do wnętrza bombki wlej roztwór 1, a następnie roztwór 2. Ilość roztworu 1 musi być taka, aby naczynko napełnione zostało do 1/4 swej objętości. Na 500 cm^3 roztworu 1 bierze się 30 cm^3 roztworu 2. Następnie naczynko z obu roztworami wstaw do naczynia z wodą o temperaturze 40—50°C. Aby ścianki bańki zostały całkowicie pokryte, wstrząsaj nią co kilkanaście sekund.

Srebrzenie tą metodą trwa 2—5 minut. Ponieważ roztwór, który następnie wylejesz z naszej bombki, może posiadać w sobie jeszcze trochę srebra, zlej go do słoiczka z kwasem solnym, w celu rozkładu i ewentualnego późniejszego odzyskania srebra z większej ilości roztworu.

A teraz *reduktorem będzie formalina.*

Sporządzasz oddzielnie:

Roztwór 1—2 g $AgNO_3$ rozpuść w 10 cm^3 wody, dodaj po kropli tlenku amonu w takiej ilości, aby początkowo wytrącony czarny osad uległ rozpuszczeniu. Następnie dodaj wody destylowanej do objętości 100 cm^3.

Roztwór 2—5,2 cm^3 handlowej, 40% formaliny rozcieńcz wodą destylowaną do objętości 100 cm^3.

Do srebrzenia oba te roztwory mieszasz w stosunku 1:1. I w tym przypadku również trzeba przygotować dwa oddzielne roztwory.

I wreszcie *reduktorem jest kwas winowy.*

Roztwór 1—W 300 cm^2 wody destylowanej rozpuść 5 g $AgNO_3$, po czym po kropli dodaj 10% roztwór amoniaku. Jak zawsze, w pierwszej chwili strąca się ciemny osad, który w miarę mieszania i dodawania NH_3aq ulega rozpuszczeniu. Gdy to już nastąpi, całość dopełnij wodą destylowaną do objętości 500 cm^3.

Roztwór 2 — W 10 cm^3 wody destylowanej rozpuść 1 g $AgNO_3$, po czym roztwór ten wlej do 300 cm^3 wrzącej wody. Osobno w 10 cm^3 wody rozpuść 0,8 g winianu sodowopotasowego i dodaj go do wrzącego, uprzednio wykonanego roztworu $AgNO_3$. Całość gotuj 15 minut, po czym dopełnij wodą destylowaną do objętości 500 cm^3.

Do srebrzenia roztwory 1 i 2 mieszasz w równych objętościach 1:1. Sam proces srebrzenia tymi roztworami trwa długo, gdyż 40—60 minut, ale za to uzyskiwana warstewka srebra jest gruba i bardzo wytrzymała.

Dla orientacji podaję, że grubość warstewki srebra, otrzymanej w poszczególnych procesach wynosi:

wg przepisu 1 (dla szkła płaskiego) — ok. 0,2 μm;
wg przepisu 2 (dla bombek) — ok. 0,4 μm;
wg przepisu 3 (z formaliną) — ok. 0,3 μm;
wg przepisu 4 (z kwasem winowym) — ok. 1,0 μm;
(1 mm = 1000 μm).



Na zakończenie warto jeszcze parę słów poświęcić właściwościom samych powłok srebra na szkle.

Przede wszystkim musisz pamiętać, że świeżo osadzona na szkle jeszcze mokra warstewka srebra, jest bardzo, ale to bardzo, delikatna i łatwo ją uszkodzić. Nie zwalnia Cię to jednak od obowiązku bardzo dokładnego spłukania posrebrzonych powierzchni. Płukać trzeba koniecznie, ale ostrożnie, inaczej po paru dniach powłoka srebra ściemnieje lub zżółknie.

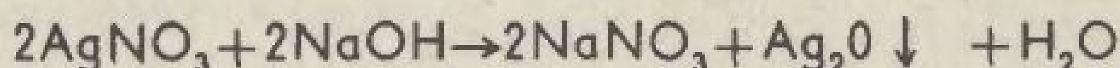
Jeżeli zależy Ci na wytworzeniu grubej warstewki srebra, wówczas proces srebrzenia musisz powtórzyć.

W przypadku bombek, sopli, czy innych ozdób choinkowych, dodatkowym walorem zdobniczym jest jeszcze malowanie. Do malowania ozdób szklanych trzeba używać farby przejrzyste (tzw. transparentowe), to znaczy farby niekryjące. Do tego celu najlepiej nadają się lakiery spirytusowe. Schną szybko, a ich błonka jest barwna lecz przezroczysta. Właśnie takie przeświecanie lśniącej powłoki srebra poprzez różnego koloru farby daje piękne efekty dekoracyjne.

Jestem przekonany, że zdążyłeś już wypróbować z lepszym czy gorszym skutkiem jeden z podanych przepisów na srebrzenie. Nie mylę się chyba również twierdząc, że nie bardzo się orientujesz, dzięki jakim to reakcjom chemicznym na szkle powstaje lustrzana warstewka srebra.

Największy już więc czas, abyś poznał owe kulisy srebrzenia po to, abyś w przyszłości działał z całym zrozumieniem procesu, jak na chemika przystało.

W każdym, czy to starszym czy nowszym przepisie na srebrzenie, do roztworu **azotanu srebra — $AgNO_3$**, dodawany jest roztwór KOH, a następnie NH_3aq. Wodorotlenki alkaliów strącają z roztworu $AgNO_3$ ciemnobrązowy osad **tlenku srebrowego — Ag_2O**, nierozpuszczalny w nadmiarze odczynnika:



$$2AgNO_3 + 2NaOH \rightarrow 2NaNO_3 + Ag_20 \downarrow + H_2O$$

Ag_2O jest w nieznacznej ilości rozpuszczalny w czystej wodzie i nadaje jej odczyn alkaliczny, co dowodzi istnienia w wodnym roztworze wodorotlenku AgOH:



$$Ag_2O + H_2O \rightarrow 2AgOH$$

Świeżo strącony osad Ag_2O łatwo się rozpuszcza w **kwasie azotowym — HNO_3** i w roztworze wodorotlenku amonu. W pierwszym przypadku tworzy się powtórnie $AgNO_3$:



$$Ag_2O + 2HNO_3 \rightarrow 2AgNO_3 + H_2O;$$

w drugim — wodorotlenek dwuaminosrebra



$$Ag_2O + 4HN_3 + H_2O \rightarrow 2[Ag(NH_3)_2]OH;$$

a właściwie:



$$AgOH + 2NH_3 \rightarrow [Ag(NH_3)_2]OH$$

Z roztworu Ag_2O w amoniaku wydziela się po pewnym czasie krystaliczny czarny osad tzw. srebra piorunującego, stanowiącego mieszaninę **azotku srebra — Ag_3N** i **imidku srebra — Ag_2NH**:



$$5AgOH + 2NH_3 \rightarrow Ag_3N + Ag_2NH + 5H_2O$$

Osad ten bardzo łatwo wybucha i dlatego stanowi duże niebezpieczeństwo. Z tych względów nie wolno Ci amoniakalnych roztworów tlenku srebra ani długo przechowywać, anl odparowywać do sucha.

Z obojętnych roztworów $AgNO_3$ amoniak strąca z początku (po pierwszych kroplach) biały osad, który po chwili brunatnieje (Ag_2O). W nadmiarze odczynnika osad ten rozpuszcza się, a więc i tym razem powstaje **wodorotlenek dwuaminosrebra — $[Ag(NH_3)_2]OH$.**

Związek ten, ulegając dysocjacji, tworzy w roztworze kationy $[Ag(NH_3)_2]^+$ i aniony OH^-.

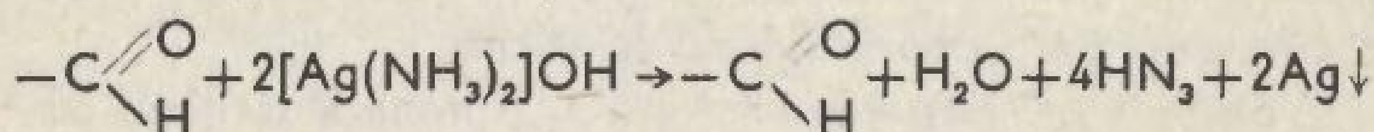
Spróbujmy teraz prześledzić, jaką drogę przebywa srebro zanim osiądzie na stałe w postaci lśniącego lustra.

Jak już wiesz, w każdym roztworze do srebrzenia metal ten wchodzi w skład zespołu $[Ag(NH_3)_2]OH$. Najpospolitszymi reduktorami, z których sporządzamy roztwory, są związki organiczne sacharoza lub formaldehyd. Pod działaniem wysokiej temperatury i w obecności mocnego kwasu, sacharoza ulega reakcji inwersji. Tworzące sacharozę związane dotychczas ze sobą dwa cukry proste, glikoza i fruktoza, przyłączając cząsteczkę wody, rozpadają się.

W ten sposób w cząsteczkach glikozy odblokowana i uaktywniona zostaje **grupa aldehydowa** $-C\langle^{O}_{H}$

Grupa aldehydowa jest chemicznie bardzo aktywna, przy czym wykazuje silne właściwości redukcyjne. Inaczej mówiąc, grupa $-C\langle^{O}_{H}$ łatwo i chętnie pobiera elektrony i przechodzi w **grupę kwasową** $-C\langle^{O}_{OH}$

Reakcję, w której następuje wydzielanie metalicznego srebra zapisać możemy tak:



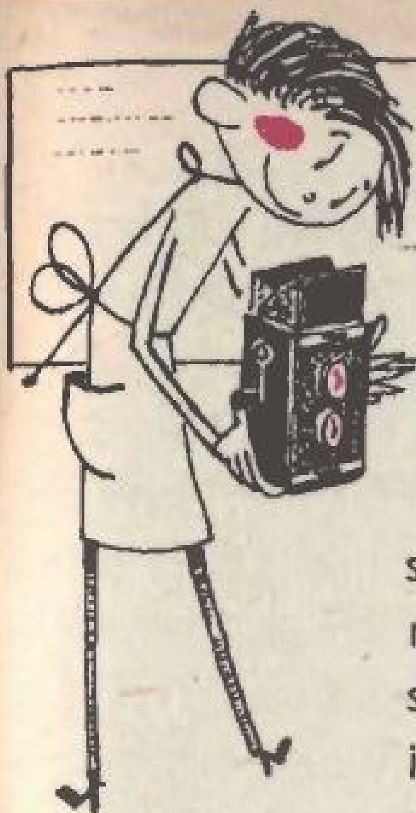
$$-C\langle^{O}_{H} + 2[Ag(NH_3)_2]OH \rightarrow -C\langle^{O}_{H} + H_2O + 4HN_3 + 2Ag\downarrow$$

Aby już skończyć ze srebrzeniem szkła, chcę Cię jeszcze poinformować o tzw. lustrach półprzepuszczalnych. Otóż lustro takie oglądane z jednej strony wygląda jak lekko przyciemnione okulary, czyli odznacza się pełną przezroczystością, natomiast obserwowane ze strony drugiej jest po prostu zwykłym zwierciadłem odbijającym obraz.

O tym, z czego i jak lustro półprzepuszczalne wykonać oraz ile zabawnych dowcipów można z nim wykonać, opisałem dokładnie w książeczce *Ciekawe doświadczenia cz. I.*

Różne rodzaje matowania

Celów, dla których dokonujesz matowania szkła, jest wiele. W ten sposób możesz wykonać na szkle trwałe znaki czy napisy, które dodatkowo natarte odpowiednim



MATÓWKA

stopem są doskonale widoczne. Matowanie, dzięki możliwości zestawienia kontrastujących ze sobą płaszczyzn błyszczących i matowych, stwarza szerokie możliwości zdobnicze. Względy czysto praktyczne z kolei przemawiają za matowaniem szkieł do imitacji lamp naftowych, osłon oświetleniowych czy abażurów.

Matówka jest również nieodzowna w fotografii.

Ogólnie biorąc, szkło matuje się albo w celu uzyskania równomiernego rozpraszania światła, albo w celu nadania szkłu nieprzezroczystości.

Ale pamiętaj, iż mat matowi nierówny. I tak mamy:

— **mat gruboziarnisty,** czyli tzw. *piaskowy;*
— **mat średnioziarnisty,** czyli tzw. *zwykły;*
— **mat drobnoziarnisty,** czyli tzw. *jedwabisty.*

Istnieją dwie najważniejsze grupy metod matowania szkła:

a — mechaniczna;
b — chemiczna.

Bez udziału odczynników

Tak można nazwać matowanie mechaniczne, które polega na pocieraniu powierzchni szkła odpowiednim proszkiem ściernym.

W najprostszym wykonaniu matowaną powierzchnię szkła pocierasz wilgotnym szmacianym tamponem posypanym proszkiem ściernym. Jako proszki ścierne do matowania szkła stosować możesz

— przesiany piasek;
— karborund,
— korund.

W przypadku trudności nabycia korundu możesz go zeskrobać z papierów ściernych. Oczywiście od granulacji, czyli wielkości ziaren użytego ścierniwa zależeć będzie rodzaj uzyskiwanego matu. Ścierniwo zarabia się wodą i w postaci papki nanosi na matowaną powierzchnię.

Jeżeli np. chcesz zmatować całą płytkę szklaną, to kładziesz ją na folii na stole, nanosisz wodną zawiesinę ścierniwa, przykrywasz drugą mniejszą płytką szklaną, którą następnie wprawiasz w ruch kolisty. Znajdujące się pomiędzy płatkami ścierniwo będzie w sposób równomierny i to równocześnie na dużej powierzchni matować Twoją płytkę.

I ten zabieg, jak zresztą większość czynności ze szkłem, wykonywać musisz „z czuciem". Nie wolno Ci mianowicie ani zbyt silnie dociskać płytek, ani też zbyt szybko ich poruszać.

Podany sposób matowania jest co prawda bardzo prosty,

ale nadaje się w zasadzie tylko do dużych płaszczyzn, i to w dodatku — całych.



Jasne, iż metodą ręcznego tarcia bardzo trudno jest wykonać jakieś desenie, napisy czy po prostu pozostawić fragmenty niezmatowane.

Urządzeniem, które umożliwia nam selektywne matowanie powierzchni szkła metodą mechaniczną, jest piaskownica. Oczywiście „nieco" inna niż ta przed przedszkolem.

Najistotniejszą częścią takiego urządzenia, przedstawionego na rysunku obok, jest zbiornik ścierniwa, połączony z przewodem powietrznym. Strumień sprężonego powietrza porywa cząstki ścierniwa i rzuca je ze znaczną prędkością na matowaną powierzchnię szkła. Strumień ziarenek ścierniwa wyłupuje z powierzchni mikrocząstki szkła. I tu również jakość i rodzaj matu zależy w dużej mierze od zastosowanej wielkości ziarn ścierniwa.



Zwykle do matowania szkła stosuje się piasek kwarcowy o wielkości ziarna 0,2—0,4 mm.

Ziarna takie otrzymasz, przesiewając piasek przez bardzo gęste sito.

Zakładam, że pokonując lenistwo, skleciłeś już

coś, co od biedy można już nazwać piaskownicą. Za jej pomocą chcesz wykonać na szkle matowe napisy, znaczki albo ozdobne desenie.

Powstaje teraz pytanie, czym i jak zabezpieczyć te części powierzchni szkła, które mają być zmatowane.

Do tego celu używa się masy lub papiery ochronne.

A oto przepisy na wykonanie takiej masy ochronnej oraz tzw. papierów ochronnych, niezbędnych przy matowaniu deseni na szkle metodą piaskowania.

Skład najprostszej ochronnej masy klejowej jest taki: klej stolarski 25 g, gliceryna 14 g, kreda 10 g.

Klej stolarski potłuczony na kawałki zalej zimną wodą i pozostaw na 24 godziny, aby całkowicie spęczniał. Następnie zlej nadmiar wody i stop klej na łaźni wodnej. Do stopionego kleju dodaj odważoną ilość gliceryny oraz kredy i nadal mieszając ogrzewaj masę na łaźni wodnej.

Na szkle zaznacz granice rysunku i w miejscach nie przeznaczonych do matowania nanoś ciepłą masę klejową pędzlem, nakładając ją na powierzchnię ruchem pędzla zawsze w jednym kierunku. Po wyschnięciu warstwy na szkle, posyp ją kredą.

Już po zmatowaniu rysunku przez piaskownicę, warstwę ochronną zmyj ciepłą wodą.

A teraz ochronny papier klejowy. Do tego celu używaj bibułę filtracyjną. Arkusze bibuły powlecz pędzlem masą klejową, przyrządzoną według poprzednio podanego sposobu. Po wyschnięciu warstwy masy odwrotną stronę bibuły powlecz cienką warstewką tej samej masy klejowej. Po wyschnięciu tej warstwy otrzymasz gotowe arkusze ochronnego papieru klejowego.

Pamiętaj, że trzeba go przechowywać w wilgotnym miejscu, aby warstwy masy klejowej zbytnio nie wysychały. Na arkuszu ochronnego papieru klejowego rysujesz desenie, które mają pozostać niezmatowane — przezroczyste. Wytnij je z papieru według rysunku, namocz przez ok. 5 minut w wodzie i nalep na szkło stroną pokrytą cienką warstewką masy klejowej. Po wyschnięciu na szkle papier taki tworzy dostatecznie pewną warstewkę chroniącą szkło przed działaniem strumienia piasku.

Ale możesz postąpić jeszcze inaczej. Na arkuszu ochronnego papieru klejowego narysuj przeznaczony do piaskowania monogram czy napis i wytnij go żyletką. Po namoczeniu papieru naklej go na szkło. Teraz tylko miejsca z wyciętym rysunkiem ulegną zmatowaniu podczas piaskowania.

Do matowania chemicznego stosowane są różne mieszaniny zawierające sole kwasu fluorowodorowego. Ponieważ jednak sole te są bardzo trudno dostępne, a ponadto silnie toksyczne, musimy niestety zrezygnować z matowania chemicznego.

Wreszcie pragnę Ci jeszcze podać jeden prosty sposób uwydatniania miejsc matowanych na szkle.

Jeżeli chcesz, aby zmatowany napis czy rysunek na szkle był lepiej widoczny, to miejsce zmatowane pocieraj kawałeczkiem stopu cyny z ołowiem, czyli po prostu kawałeczkiem tzw. cyny stosowanej do lutowania. Cząstki metalu wcierają się wówczas w chropowatą powierzchnię szkła, tworząc dobrze widoczny lśniący rysunek.

Mrożone kwiaty na szkle

Proponuję zapoznać się teraz z prostą techniką zdobienia szkła, polegającą na wytwarzaniu na nim tzw. kwiatów mrozu. Opanowanie tej techniki przyda się na pewno każdemu majsterkowiczowi, nie mówiąc oczywiście o chemikach.

Otóż, tą swoistą metodą zdobienia jest wyłupywanie za pomocą kleju cząstek szkła z jego powierzchni. Powoduje to tworzenie się na szkle płytkich płatkowatych wklęsłości, zwanych właśnie kwiatami mrozu, ponieważ są one podobne do układu kryształów lodu, tworzących się zimą na szybach okien. Z tego właśnie podobieństwa rozpowszechniła się niesłuszna nazwa dla tej metody — „mrożenie szkła".

Szkła zdobione tą metodą są dość efektowne, rozpraszają one silnie promienie świetlne, są więc nieprzezroczyste, ale przepuszczają więcej światła niż szkło matowe. Powierzchnia szkieł łuszczonych jest bardzo nierówna i chropowata, ale w odróżnieniu od matowej, jest lśniąca. Odbicie światła od takiej powierzchni jest duże, ale promienie odbite są silnie rozproszone.

Ponieważ czynności zdobienia tą metodą są proste i łatwe do wykonania oraz stosunkowo mało kosztowne, a efekt zdobienia jest oryginalny i atrakcyjny, możesz go zastosować do wykańczania szkieł płaskich, np. okien i drzwi, a także niektórych mebli oraz do zdobienia szkieł oświetleniowych (osłony lamp), jak również szkieł gospodarskich i ozdobnych.

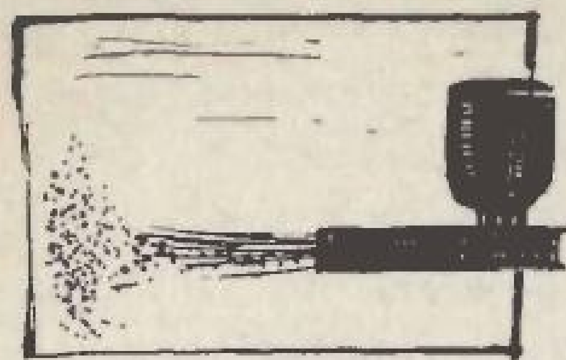
Metoda tego rodzaju zdobienia polega na tym, że

warstwa kleju nałożona na szkło i mocno związana z jego powierzchnią, przy wysychaniu i twardnieniu kurczy się silnie, przy czym odpryskuje od szkła kawałkami, zabierając przylepione płatki szkła, wyłupane z powierzchni. Przyczepność kleju do zwykłej powierzchni szkła jest mała, przeto zwiększa się ją przez gruboziarniste matowanie szkła sposobem mechanicznym (mat piaskowy).

Nałożony na takie szkło klej, wypełnia mikrowgłębienia, a nawet przenika do haczykowatych spękań powierzchniowych, powstałych przy matowaniu wskutek uderzania ziaren piasku o szkło. Dzięki temu powłoka klejowa mocno wiąże się z powierzchnią szkła. Przy silnym skurczu kleju podczas jego wysychania i twardnienia, następują spękania powłoki na płatki.

A więc do roboty. Najprostszym a zarazem najlepszym klejem do łuszczenia szkła jest zwykły klej stolarski. Po rozdrobieniu klej ten zalej wodą i mocz go przez 24 godziny; dla kleju w perełkach wystarczą 3 godziny moczenia.

Do kleju na 0,5 kg suchej substancji dodaj 35 g gliceryny i 3 g boraksu. Dodatki te powodują zmniejszenie napięć powierzchniowych kleju i lepszą zwilżalność szkła przez roztwór, co umożliwia jego lepsze przenikanie do drobnych wgłębień i spękań szkła. Następnie klej ogrzewaj na łaźni wodnej do temperatury ok. 65°C, aż do powstania stopionej i roztworzonej masy o lepkości syropu. Syrop ten przecedź przez gęste sito. Do nakładania musisz używać klej o temperaturze 30—40°C. Szkło pokrywane klejem powinno być ogrzane do temperatury 35°C.





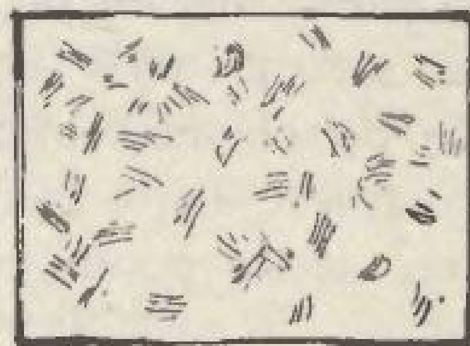
1

A więc metoda łuszczenia szkła dla zdobienia „kwiatami mrozu" polega na kolejnym wykonaniu następujących czynności:

1. Umycie w ciepłej wodzie z dodatkiem „Ludwika" czy „Ameksu" zdobionych szkieł uprzednio zamatowanych. Matowanie szkła możesz wykonać przez piaskowanie lub przez mechaniczne tarcie jego powierzchni mokrym gałgankiem posypanym gruboziarnistym piaskiem. Po zmatowaniu i umyciu szkło musisz dokładnie wysuszyć.
2. Nałożeniu kleju pędzlem. Klej nanosisz na szkło warstwą równomiernej grubości. Cieńsza powłoka powoduje wyłupywanie drobniejszych płatków szkła. Do



2





3

wyłupywania możliwie największych płatków szkła, klej nanosi się dwukrotnie (powtórnie po skrzepnięciu pierwszej warstwy).

3. Pierwsze powolne suszenie powłoki kleju w temp. 18–20°C. Im dłuższy jest czas schnięcia kleju, tym grubszy otrzymuje się wzór.
4. Drugie, szybk e suszenie powłoki w temp. 30–40° C, wywołujące pękanie jej i szybkie odpryskiwanie. Im bardziej suche jest powietrze, tym grubszy jest wzór.



5 KORKI W TWOIM LABORATORIUM

Na pozór jest to temat tak błahy i tak przyziemny, że wydawałoby się, że w ogóle nie warto się nim bliżej zajmować. Czy trzeba więc całego rozdziału w książce, aby szczelnie zamknąć korkiem butelkę z odczynnikiem, wywiercić w korku otwór, bądź też zmontować najprostszy zestaw do destylacji?

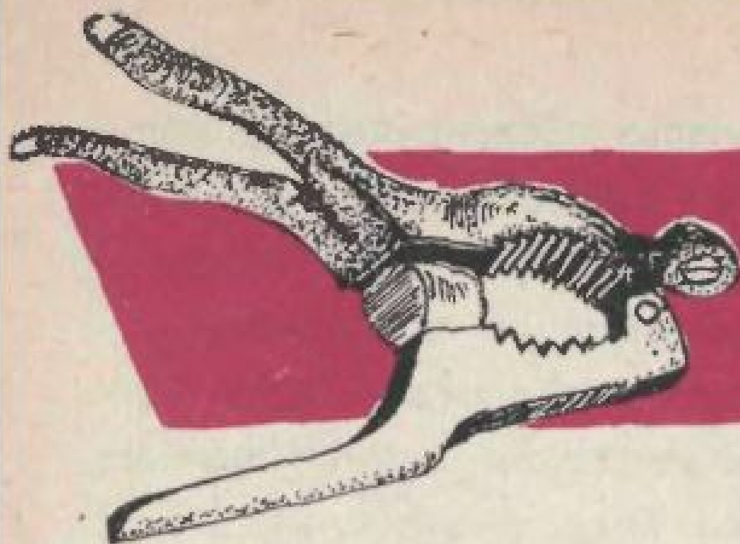
Smutne doświadczenie mnie pouczyło, że właśnie temat ten trzeba jak najszybciej omówić. Poważna porcja listów z pytaniami, czym otworzyć zassane korki naczyń

szklanych, napełnionych oczywiście odczynnikami o silnie alkalicznym odczynie. Twoje listy z pretensjami, że w temperaturze blisko 200°C korek czy rurka z polichlorku winylu się stopiła, żale początkujących chemików wywołane przeżarciem naturalnego korka przez kwas siarkowy, żenujące swym prymitywizmem i niedbałością scyzorykowe „dłubanki" w korkach, mające imitować otwory na rurki — oto powszechne błędy, kłopoty, trudności, jakich nastręcza na co dzień problem korków.

Korki naturalne

Najpierw zajmiemy się korkami naturalnymi, czyli wykonanymi z kory drzewa korkowego. W praktyce spotykasz korek naturalny **zwykły** i tzw. **prasowany**. Ten ostatni gatunek produkowany jest z drobnozmielonych, sklejonych i sprasowanych odpadów korka naturalnego. Uprzedzam z góry, abyś tego gatunku korka w ogóle nie stosował w praktyce laboratoryjnej. Tego rodzaju korki są przeznaczone do zamykania opakowań jednorazowego użycia, zaś w Twoim laboratorium mogą się one rozsypać w każdej chwili.

Z kolei, o ile chodzi o korek naturalny, zwykły, to staraj się do pracy wybierać zawsze korki jak najmniej porowate. Nie przejmuj się tym, że są one niejednokrotnie bardzo twarde. Zaraz się nauczysz nadawać korkom naturalnym tak pożądaną przecież w pracach laboratoryjnych miękkość i elastyczność.



WYGNIATARKA DO KORKÓW

A więc uwaga: korki naturalne, nowe, możemy zmiękczyć:
— mechanicznie,
— fizykochemicznie.

Metoda pierwsza polega na w miarę silnym i równomiernym wygnieceniu korka ze wszystkich stron. W dużych laboratoriach chemicznych służą do tego celu nawet specjalne wygniatarki. My natomiast posłużymy się kawałeczkiem deseczki czy skrawkiem grubej sklejki. Nasz korek, przeznaczony do zmiękczenia, połóż powierzchnią boczną walca na stole, przyciśnij deseczką i zacznij wałkować. Korek podczas wałkowania musi się toczyć po stole. Sam się przekonasz, że już po kilkunastu ruchach korek stanie się zupełnie miękki.

Druga metoda, szumnie nazwana fizykochemiczna, polega na sparzeniu korka wrzącą wodą. O ile jednak korek dobrze wygnieciony zachowuje miękkość przez dłuższy czas, o tyle korek sparzony, zaraz po wyschnięciu staje się ponownie twardy.

A czy korki stare, już parokrotnie używane i do tego pokryte licznymi plamami, trzeba wyrzucać?

Nie, takie korki, o ile nie są zbyt uszkodzone mechanicznie, możesz doskonale odświeżyć. Warto tego dokonać, zwłaszcza w stosunku do dopasowanych dobrze korków z otworami. A oto przepisy:

Stare korki zalej gorącym, 5% wodnym roztworem **nadmanganianu potasu** — $KMnO_4$ i pozostaw w nim przyciśnięte przez całą dobę. Często je poruszaj. Następnego dnia korki starannie opłucz wodą, odbarw przez kąpiel w 5% wodnym roztworze **tiosiarczanu sodu** — $Na_2S_2O_3$, po czym bardzo starannie opłucz wodą zimną, a następnie gorącą.

Stare korki zalej roztworem 30 g wapna chlorowanego w 500 cm^3 wody. Całość wymieszaj i przyciśnięte pozostaw przez dobę. Po przemyciu wodą w celu wykwaszenia, umieść je w roztworze zawierającym 5 g kwasu siarkowego w 70 cm^3 wody. Korki w tym roztworze pozostaw 12 godzin. Następnie, w celu neutralizacji, korki mocz przez dobę w 2% wodnym roztworze **sody** krystalicznej — Na_2CO_3. Taka trójstopniowa kąpiel jest co prawda nieco uciążliwa, ale daje doskonałe wyniki. Opisaną „kurację odmładzającą" możesz stosować nawet do korków, które przeszły twardą szkołę w zetknięciu z gorącymi związkami organicznymi.

A teraz sprawa bardzo istotna. *Do czego*, generalnie biorąc, *należy, a do czego nie należy stosować korków naturalnych*?

Zacznę od przeciwwskazań.

Korek naturalny jest małoodporny na działanie par terpentyny, większości alkoholi, chloru, bromu, jodu, kwasu azotowego, chromowego i siarkowego. Zetknięcie

się kwasu siarkowego z korkiem nie idzie na zdrowie żadnemu z partnerów. Korek ulega bowiem zwęgleniu, zaś kwas siarkowy zostaje zanieczyszczony i przybiera czarne zabarwienie.

Dalej korka naturalnego nie stosuj do prac próżniowych, gdyż nigdy nie zapewni Ci pełnej szczelności złącza.

Odporność chemiczną korka na chlor, brom, jod oraz kwas azotowy możesz znacznie podnieść przez impregnację korka parafiną. Zabieg ten w zależności od posiadanego wyposażenia, możesz wykonać dwojako:

— w parowniczce umieszczonej na łaźni wodnej stop parafinę, po czym zanurz w niej korek trzymany w szczypcach. Korek musi przebywać w stopionej parafinie tak długo, aż przestaną uchodzić z niego pęcherzyki powietrza. Następnie go wyjmujesz, a nadmiar parafiny wycierasz bibułą;

— korki umieść w kolbce napełnionej parafiną i ogrzewaj na łaźni wodnej. Gdy parafina się stopi, kolbkę połącz z pompą próżniową i dalej ogrzewaj aż do ustania uchodzenia pęcherzyków powietrza. Ta ostatnia metoda pozwala na znacznie głębsze wniknięcie parafiny w korek, dzięki czemu jest on o wiele lepiej zaimpregnowany.

Tak spreparowane korki możesz już używać np. w zestawie do wytwarzania chloru lub otrzymywania kwasu siarkowego, czy azotowego.

Korki gumowe

I tu również napotkać możesz wiele gatunków oraz odmian. Ogólnie biorąc, do naszych prac nadają się tylko korki miękkie, elastyczne. Takimi to właśnie cechami odznaczają się gumowe korki barwy czerwonej i mleczno-brunatnej. Natomiast korki czarne są zazwyczaj za twarde. Oczywiście mowa tu o korkach nowych, bowiem każdy gatunek gumy po pracy w ciężkich dla siebie warunkach, staje się twardy i kruchy.

Ba, ale oto wyłania się zupełnie nowa trudność: po prostu nie wiesz, jak rozróżnić korek gumowy od igelitowego, czyli z PCW. Zewnętrznie, zwłaszcza dla niewtajemniczonego, wyglądają one bardzo podobnie.

Aby się przekonać, czy dany korek jest gumowy, kładziesz go na lekko zwilżonej, uprzednio wyczyszczonej do połysku, powierzchni przedmiotu srebrzonego. Po 2—3 godzinach, jeżeli na srebrze pojawi się czarna plama, masz pewność, że korek zawiera siarkę, czyli jest wykonany z gumy.

Po to natomiast, aby z całą pewnością stwierdzić, iż dany korek wykonany jest z PCW, czyli polichlorku winylu, musisz w jego składzie wykryć chlor. Odrobinę korka umieść w uszku drutu miedzianego (poprzednio wyżarzonego w płomieniu) i wprowadź go do nieświecącej strefy płomienia palnika.

Jeżeli dany preparat organiczny zawiera chlor, wówczas w skutek rozkładu termicznego tworzy się **chlorowodór — HCl.** Związek ten reagując natychmiast z mie-

dzią, daje chlorek miedziowy, który barwi płomień na intensywny kolor zielony.

Skoro już umiesz zidentyfikować korki, ustalmy do czego się one nadają, a do czego nie.

Otóż korków gumowych **nie używaj** do prac z preparatami zawierającymi smary, tłuszcze, paliwa ciekłe. Pamiętaj, że gumę niszczą kwasy silnie utleniające, a więc siarkowy, azotowy i chromowy, powodując jej kruchość i łamliwość. Podobne działanie wywiera również gazowy chlor oraz brom.

Gumie szkodzi większość rozpuszczalników organicznych, a zwłaszcza benzyna, terpentyna, eter, dwusiarczek węgla, aceton, chloroform, czterochlorek węgla oraz związki aromatyczne jak benzen, toluen, ksylen, anilina oraz oleje i smary.

Stąd wniosek, że do prac z tymi związkami trzeba stosować naturalne korki, impregnowane, lub — gdzie się to da — korki z PCW, czyli z polichlorku winylu.

Nowe korki i rurki gumowe są z zasady talkowane. Dlatego też musisz usunąć z nich talk oraz nadmiar siarki, która może Ci zanieczyścić różne preparaty (np. rtęć). W tym celu nowe korki i rurki gumowe wytraw przez godzinę w gorącym, 10% wodnym roztworze KOH, a następnie opłucz bardzo starannie gorącą wodą.

Korki gumowe nie powinny pracować w temperaturze powyżej 110°C, bo twardnieją i ulegają rozkładowi.

Guma, nawet w temperaturze pokojowej, pod działaniem tlenu i ozonu, z powietrza oraz światła, ulega nieodwracalnemu procesowi starzenia. Aby do tego nie

dopuścić, korki i rurki gumowe przechowuj pod wodą w słoju ze szkła ciemnego.

Zupełnie twarde, ale również i kruszące się korki i rurki gumowe nadają się tylko do wyrzucenia.

Korki z PCW

Swą odpornością chemiczną korki z PCW przewyższają znacznie gumę i korek naturalny.

Niestety, granice zastosowań takich korków wyznacza stosunkowo niska temperatura topnienia i rozkładu polichlorku winylu. Jeden z Twoich kolegów żalił się na niepowodzenie jakie go spotkało przy otrzymywaniu kwasu siarkowego metodą alchemiczną, czyli metodą termicznego rozkładu $FeSO_4$. Okazało się, że rurkę, przez którą przechodziły produkty w temperaturze ok. 300°C, osadził w korku z PCW. Tymczasem tworzywo to nie może pracować w temperaturze już ponad 80°C.

Staraj się więc korki z PCW używać przede wszystkim do prac prowadzonych na zimno oraz do zamykania naczyń z takimi związkami, które niszczą gumę i korek naturalny.

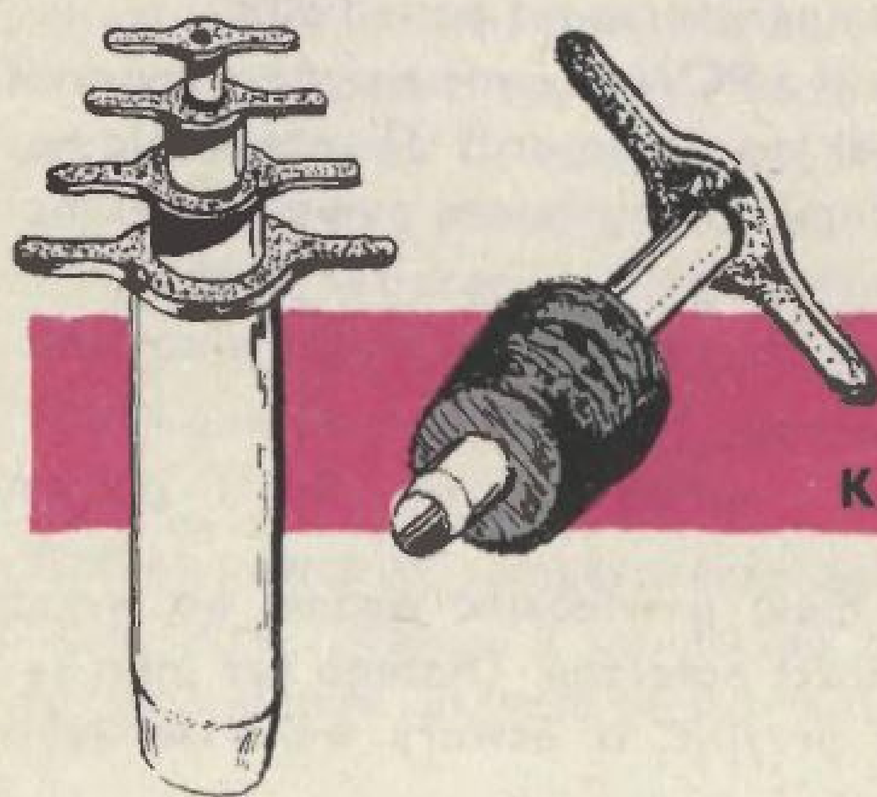
Wiercenie otworów

Jest to czynność, mało powiedzieć ważna, bo wręcz decydująca o szczelności połączeń. Dlatego też jako żelazną regułę musisz przyjąć, iż otwory we wszelkiego

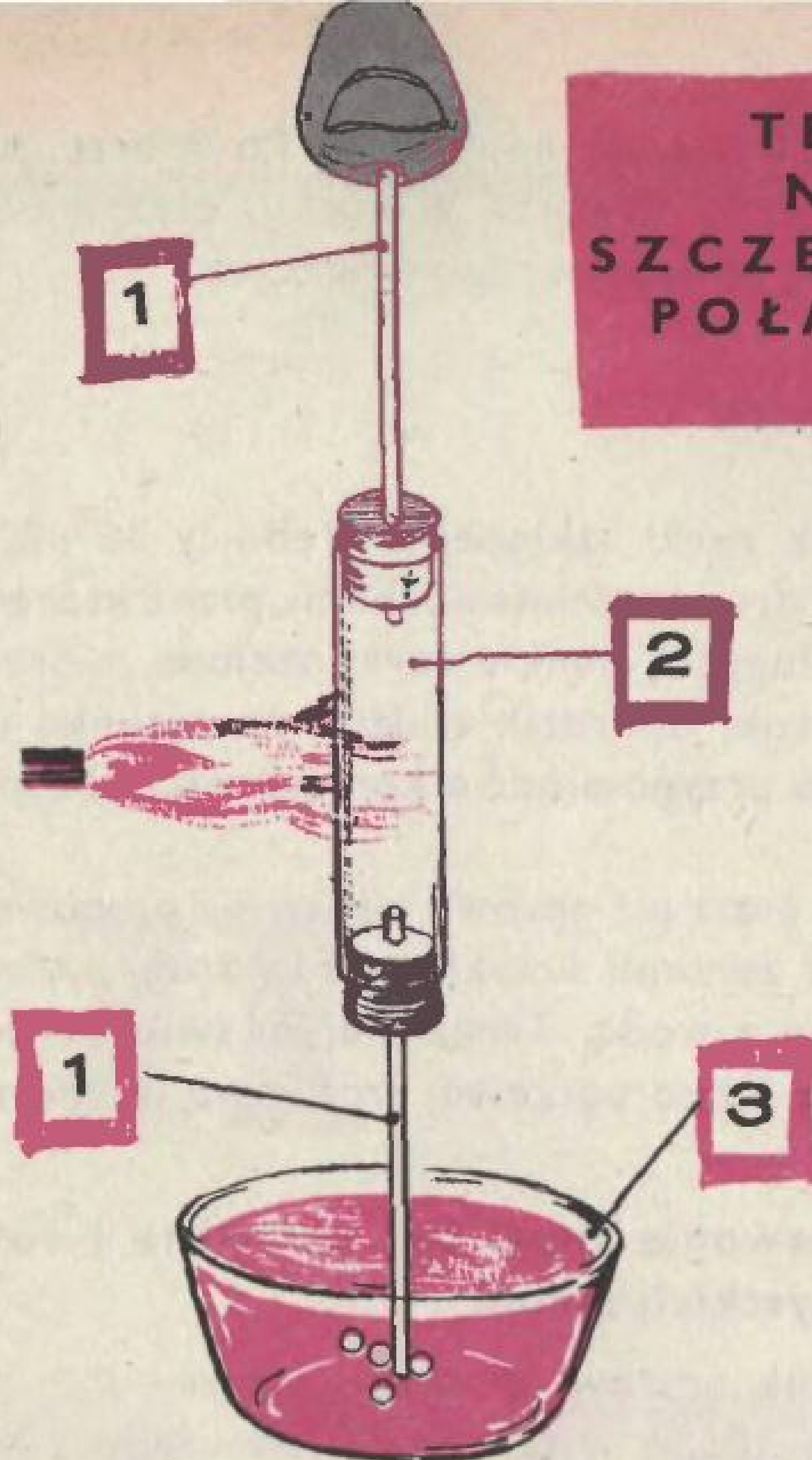
rodzaju korkach wiercić można tylko specjalnie do tego przystosowanymi narzędziami. Są to zaostrzone z jednego końca, różnej średnicy cienkościenne rurki stalowe lub mosiężne. W sklepach ze sprzętem laboratoryjnym można nabyć komplety takich rurek, tzw. korkoborów, o średnicy od ⌀ 3 do ⌀ 30 mm.

Przystępując do wiercenia otworu korek ustaw na podkładce z miękkiego drewna lub korka i wkręcaj weń pionowo lekko przyciskając, nasmarowaną gliceryną rurkę o średnicy nieco mniejszej od średnicy rurki przeznaczonej do umieszczenia w otworze. Wiercenie rozpoczynasz zawsze od strony mniejszej średnicy korka.

W przypadku wiercenia otworów w korkach gumowych, rurkę możesz zwilżać 5—10% roztworem NH_3aq. Pamiętaj, aby zbyt silnie nie naciskać rurki, gdyż deformuje to korek a tym samym otwór może wypaść krzywo. Powodzenie operacji jest w dużej mierze uzależnione od ostrości końca rurki. Dlatego też nie oszczędzaj pracy



KORKOBORY



1 15 CM RURKI SZKLANEJ ⌀ 3–6 MM

2 10 CM RURKI SZKLANEJ ⌀ 10–20 MM

3 NACZYNIE Z WODĄ

oraz pilnika i ostrz je jak najczęściej. Po dobrze, prawidłowo wywierconym otworze w korku, otrzymasz wycięty przez rurkę równy, okrągły wałeczek.

Kontrola szczelności

10 cm odcinek rurki szklanej o średnicy 10—20 mm zamkniesz z obu stron szczelnie korkami, przez które przechodzą 15 cm długości cienkie rurki szklane, o średnicy 3—6 mm. Cały taki aparacik widzisz na rysunku obok. Nie muszę chyba przypominać o konieczności obtapiania końców rurek.

Gdy aparacik masz już gotowy, ustaw go pionowo i jeden wylot rurki zamknij kciukiem, zaś drugi wylot zanurz do naczynia z wodą. Teraz małym świecącym płomieniem palnika lekko ogrzewaj środkową grubą rurkę szklaną aparacika.

Uwaga: ogrzewanie musi być ostrożne i równomierne ze wszystkich stron.

Po chwili palnik odstaw. W czasie ogrzewania części środkowej aparacika, z wylotu rurki zanurzonej w wodzie uchodziły pęcherzyki powietrza, zaś teraz, gdy zaprzestałeś ogrzewania (możesz dmuchać na rurkę) woda pocznie powoli podnosić się w rurce. Jednak opisane zjawisko zaobserwujesz tylko wówczas, gdy wszelkie połączenia są szczelne. W przypadku najmniejszej nieszczelności aparacika, powietrze właśnie nią ujdzie i ponownie wejdzie. Tym prostym doświadczeniem-testem egzaminacyjnym kończę już temat korków.

II
DZIAŁ

NIEKTÓRE CZYNNOŚCI LABORATORYJNE

W drugiej części tej książeczki chciałbym razem z Tobą zająć się takimi sprawami, jak wyznaczanie stałych fizykochemicznych związków chemicznych, a więc temperatury topnienia, wrzenia, wyznaczania gęstości, dalej różnymi rodzajami destylacji, ogrzewania, prowadzenia prac pod zmiejszonym ciśnieniem itd.



1 CZYM OGRZEWAĆ, A CZYM CHŁODZIĆ?

Ogrzewanie to druga, po ważeniu bądź odmierzaniu, podstawowa czynność chemika w jego codziennej pracy. Ogrzewanie przyspiesza zachodzące reakcje, zwiększa rozpuszczalność, jest konieczne przy destylacji, krystalizacji, sublimacji.

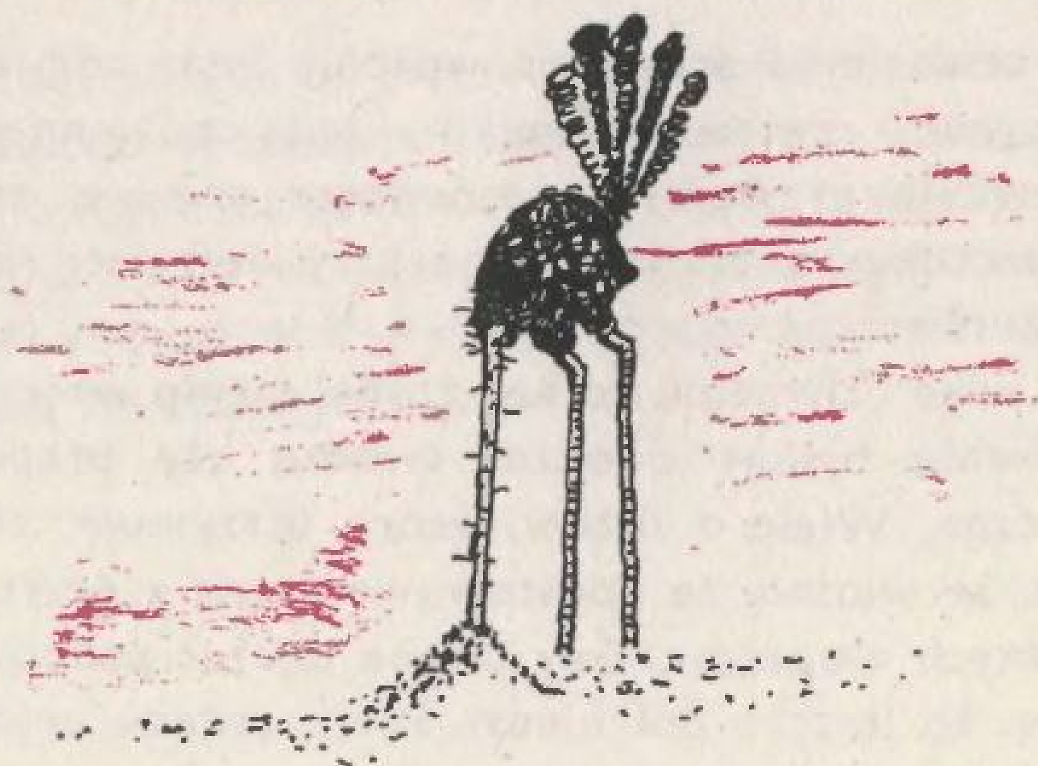
Nic więc dziwnego, że bez źródeł ciepła wręcz nie do pomyślenia byłaby analiza, synteza czy preparatyka chemiczna. Wiele z listów, które otrzymuję, świadczy o tym, że właśnie te podstawowe procesy przysparzają Ci różnych kłopotów. Gdy trzeba ogrzać probówkę czy zlewkę, to jeszcze pół biedy. Skoro jednak zajdzie po-

trzeba pracy na łaźni wodnej czy olejowej, nie mówiąc już o prażeniu w tyglu, wówczas stajesz bezradny.

Podobnie rozkładasz ręce, gdy w opisie doświadczenia znajdziesz wskazówkę, że odbieralnik musi być chłodzony np. do temp. —8°C lub też, że temperatura reakcji w kolbce nie może przekraczać 5°C.

Jak się domyślam, to albo doświadczeń takich w ogóle nie wykonasz, albo też próbujesz je wykonać z cichą, jakże naiwną nadzieją, że może... może... otrzymywany preparat nie dowie się, że otacza go inna temperatura niż wymagana w takim przypadku. A może jestem niesprawiedliwy, może zdarza Ci się również próbować na chybił trafił (najczęściej używając wilgotnych szmatek) temperaturę otoczenia choć trochę obniżyć.

Takie postępowanie trzeba nazwać strusią polityką, czyli chowaniem głowy w piasek, w nadziei, że wróg reszty strusiego ciała już nie zobaczy, w nadziei, że reakcja jakoś tam zajdzie.



Tymczasem przy odrobinie pomysłowości i zaradności praca w niskich temperaturach jest w pełni możliwa do wykonania w Twoich warunkach. Tylko trzeba wiedzieć „czym" i „jak".

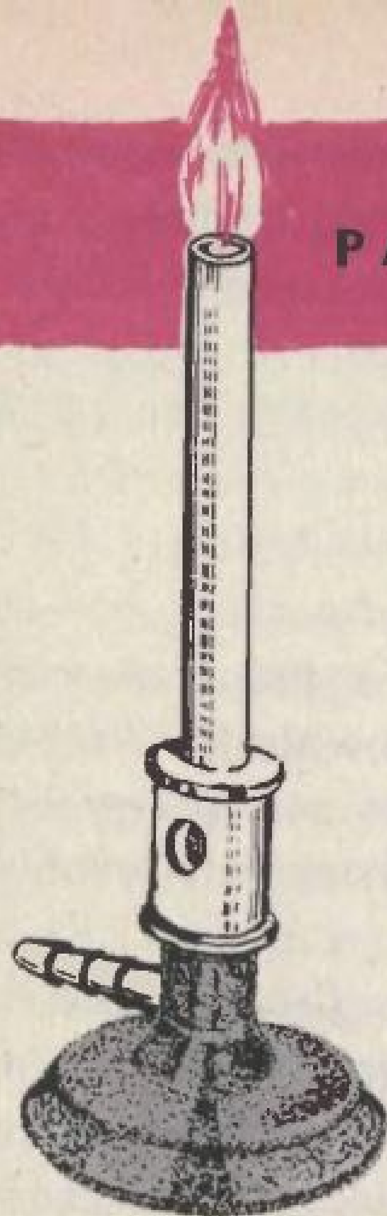
Palniki

W naszej codziennej praktyce laboratoryjnej stale musimy ogrzewać probówki, zlewki, parowniczki, kolbki itp. W takich przypadkach posługujemy się zazwyczaj palnikami gazowymi. Palniki, to najbardziej uniwersalne źródło ciepła.

Tu pragnę podać pewną uwagę natury „historycznej". Otóż jeszcze 10—15 lat temu takim najpopularniejszym źródłem ciepła w amatorskim laboratorium chemicznym była lampka spirytusowa. Dziś, gdy niemal na każdej stacji benzynowej w kraju można naładować butle gazem propan-butan, palnik gazowy wyparł już prawie całkowicie lampkę spirytusową.

Pragnę Ci również przypomnieć, że w braku palnika laboratoryjnego do ogrzewania użyć możesz tak dziś popularne kuchenki turystyczne. Jednak klasyczne palniki laboratoryjne mają swoje nieocenione plusy — łatwość regulacji wielkości i rodzaju płomienia.

W książce *Moje laboratorium* cz. *I* opisałem Ci najprostszą konstrukcję palnika gazowego własnej roboty, ale sam przyznaję, że nadaje się on tylko dla początkujących. Ty natomiast, jako zaawansowany eksperymentator, posługiwać się już musisz lepszym sprzętem.



PALNIK BUNSENA

— *No właśnie, jaki wybrać palnik?* — oto pytanie, które zadajesz mi Ty oraz wielu innych młodych chemików-eksperymentatorów.

Niestety, jednoznacznej odpowiedzi udzielić Ci nie mogę. Do innych celów bowiem przeznaczony jest rower Jaguar-Specjal, do innych Kobus, a jeszcze do innych Popularny.

Dlatego też wyboru palnika musisz dokonać sam w zależności od przewidzianego zakresu prac, jak również posiadanych funduszy.

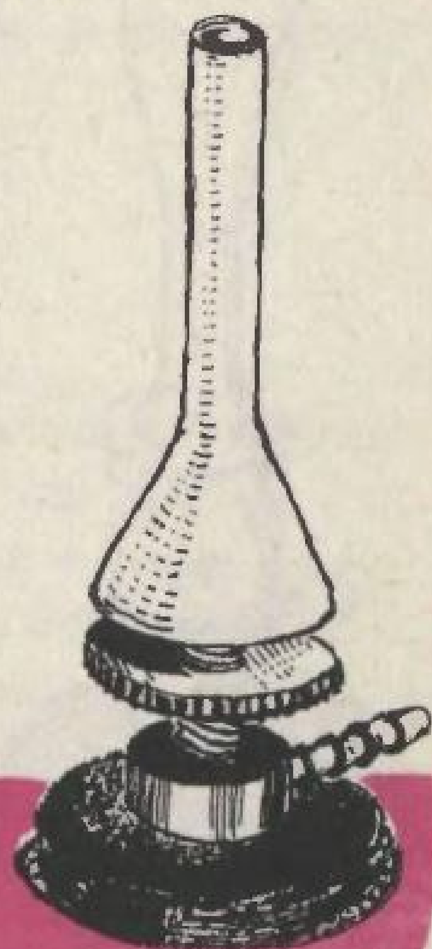
Poniżej podaję krótką charakterystykę trzech najpopularniejszych palników. Pomoże Ci ona w dokonaniu najwłaściwszego wyboru.

Palnik Bunsena, który widzisz na rysunku obok, jest historycznie najstarszy. Gaz zostaje doprowadzony do palnika za pomocą wąskiej dyszy mieszczącej się w jego podstawie. Natomiast powietrze dostaje się do palnika przez otwory znajdujące się w dolnej części kominka i w kołnierzu. Obracając odpowiednio kołnierz, otwory można zamknąć lub częściowo czy też całkowicie otworzyć. Przy całkowitym zamknięciu dopływu powietrza, otrzymujesz płomień jasno świecący, kopcący, jego tem-

peratura jest niska. Jeśli zaś dopuścisz powietrze, płomień przestaje świecić i nie kopci, a jego temperatura wzrasta do ok. 1300°C.

Naczynia ogrzewasz zewnętrzną, gorącą częścią płomienia. Z tego względu nie przysuwasz palnika zbyt blisko naczyń.

Do prawidłowego spalania gazu w palniku potrzebna jest określona ilość powietrza. Jeżeli doprowadzisz powietrze w zbyt dużej ilości, lub ciśnienie gazu nagle się zmniejszy (co zdarza się w przypadku korzystania z gazu z sieci miejskiej), następuje zjawisko „przeskoczenia" płomienia: gaz zapala się wówczas u wylotu dyszy, czyli u wejścia do kominka. Palnik wtedy huczy w charakterystyczny sposób, a płomień staje się węższy i zmienia kolor na zielonkawy. Jednocześnie cały palnik rozgrzewa się bardzo, tak że powstaje niebezpieczeństwo pożaru, zaś dotknięcie palnika grozi poparzeniem. W przypadku takiego „przeskoczenia" płomienia, musisz koniecznie palnik jak najszybciej zgasić. Po odczekaniu aż ostygnie, musisz zmniejszyć dopływ powietrza i po sprawdzeniu, w jakim stanie znajduje się wąż doprowadzający do niego gaz — za-



PALNIK TECLU

palić na nowo. Jeżeli na skutek zbyt dużego nagrzania wąż został uszkodzony, wymień go na nowy.

Palnik Teclu zobacz na s. 93. Ten palnik różni się od palnika Bunsena tym, że dostęp powietrza reguluje się nie kołnierzem, lecz za pomocą krążka obracającego się na nagwintowanej dyszy. Poza tym w palniku Teclu możesz jeszcze regulować dopływ gazu za pomocą dodatkowej śruby, która zamyka lub otwiera przewód doprowadzający gaz.

Zastosowanie palnika Teclu jest takie samo, jak i palnika Bunsena, a uzyskiwana temperatura dochodzi do 1500°C. Palnik Mekera, który również możesz sobie obejrzyć na rysunku obok, ma już budowę nieco odmienną. Jego kominek jest szerszy i ma większy wylot od opisanych przed chwilą, a w otworze kominka umieszczona jest metalowa siatka, która dzieli strumień gazu na kilkadziesiąt części i zabezpiecza płomień przed przeskoczeniem. Otwory na kołnierzu, doprowadzające powietrze, są znacznie większe niż w palniku Bunsena.



PALNIK MECKERA

Płomień palnika Mekera ma znacznie wyższą temperaturę, bo dochodzącą do 1750°C i rozłożoną dodatkowo na dużej powierzchni. Zamiast jednego stożka nad jego kominkiem tworzy się ich kilkanaście. Dzięki temu powierzchnia ogrzewania, jak też i strefa najwyższej temperatury, są o wiele większe, co umożliwia ogrzewanie do wysokich temperatur większych stosunkowo naczyń. Dlatego też palnika Mekera używa się do prażenia osadów w wyższych temperaturach oraz do stapiania trudno topiących się substancji. O prażeniu osadów pomówimy zresztą obszerniej za chwilkę.

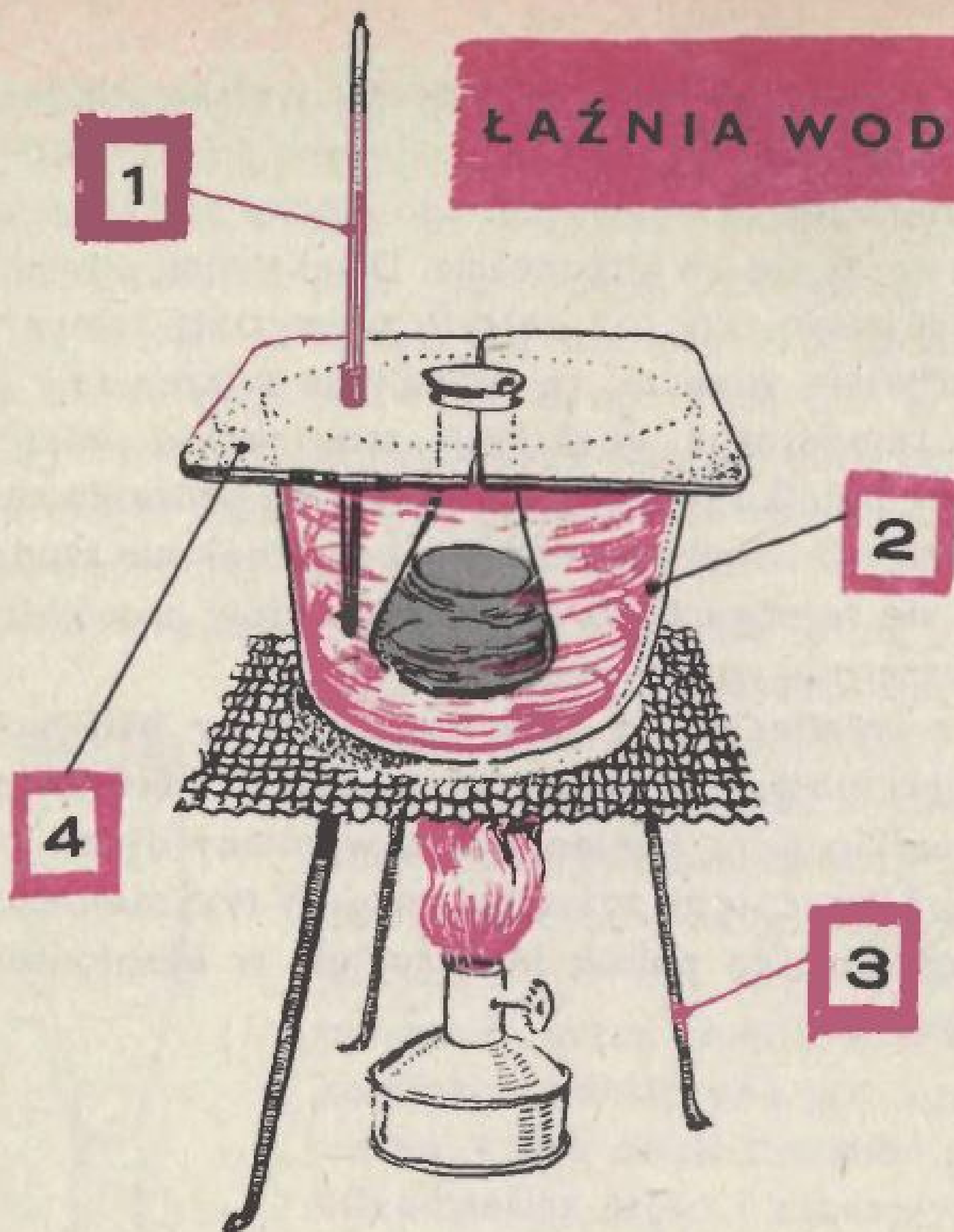
Każdy z wymienionych palników zasilany być może gazem z sieci lub gazem z butli turystycznej. W tym ostatnim przypadku, poza koniecznością wymiany dyszy, powinieneś już liczyć się ze zużyciem gazu. W tym momencie musisz pamiętać, że palnik Mekera jest w eksploatacji najdroższy.

Łaźnie

Bezpośrednie, a co najważniejsze, równomierne ogrzewanie palnikiem zlewki, parowniczki czy kolbki, jest niewygodne i niebezpieczne. Dlatego też w praktyce laboratoryjnej bardzo często uciekamy się do pomocy tzw. łaźni, czyli stosujemy ogrzewanie pośrednie.

Powiedzmy, że chcesz zatężyć czy odparować do sucha roztwór związku ulegającego rozkładowi w temperaturze powyżej 100°C. W takim przypadku posługujesz się łaźnią wodną.

ŁAŹNIA WODNA



1 TERMOMETR

2 NACZYNIE Z WODĄ

3 TRÓJNÓG

4 POKRYWKA DWUDZIELNA — WŁASNEJ ROBOTY

(6)

Jeżeli naczynie z wodą jest otwarte (brak możliwości wytworzenia w naczyniu nadciśnienia), możesz je dowolnie intensywnie ogrzewać bez obawy przekroczenia temperatury 100°C. Tym samym, ogrzewając jakieś związki na łaźni wodnej, masz gwarancję że nie przekroczysz temperatury 100°C.

W najprostszym wykonaniu, łaźnia wodna może to być metalowe naczynie (garnek, puszka) napełnione wodą, do której zanurzasz ogrzewane naczynie. W praktyce gdy ogrzewane naczynie jest małe, np. parowniczka, sama łaźnia powinna być zakryta pokrywką z otworem. Dostępne w handlu łaźnie wodne posiadają otwory zamykane kompletami „fajerek" o stopniowanej średnicy.

Zamknięcie górą naczynia łaźni jest ze wszech miar wskazane, bo hamuje parowanie wody, zmniejsza straty cieplne i nie wprowadza wilgoci do laboratorium.

Ponieważ wiem, że wykonanie kompletu metalowych fajerek nie jest wcale łatwe, radzę Ci, zaopatrz swoją łaźnię w parę pokrywek z różnymi średnicami otworów. Pokrywki takie niekoniecznie muszą być metalowe. Możesz je wykonać np. z płyty unilanu (tzw. laminatu). Pamiętaj tylko, że wtedy ogrzewane naczynie musi być wpuszczone głęboko do łaźni.

Ogrzewanie łaźni może być gazowe lub elektryczne. W pierwszym przypadku postaw łaźnię na trójnogu i ogrzewaj palnikiem, w drugim — łaźnia stoi bezpośrednio na krytej płytce kuchenki elektrycznej.

Szczególnie to ostatnie rozwiązanie zalecam Ci do wszelkich prac związanych z destylacją lub odparowywa-

niem łatwo palnych cieczy, a więc acetonu, benzenu, alkoholi, eterów.

Tu mała ciekawostka. Pary eteru, jako cięższe od powietrza, opadają na dół i wykazują tendencję do „płynięcia" np. po stole. Pełznące po stole czy po podłodze pary eteru potrafią przebyć odległość nawet kilku metrów. Stąd powstaje niebezpieczeństwo przerzucenia się płomienia na znaczne odległości. Dlatego przy pracach z substancjami łatwo palnymi, a zwłaszcza eterem, musisz koniecznie ogrzewać łaźnię na krytej kuchence elektrycznej i przestrzegać, aby w tym samym pomieszczeniu nie było najmniejszego źródła ognia.

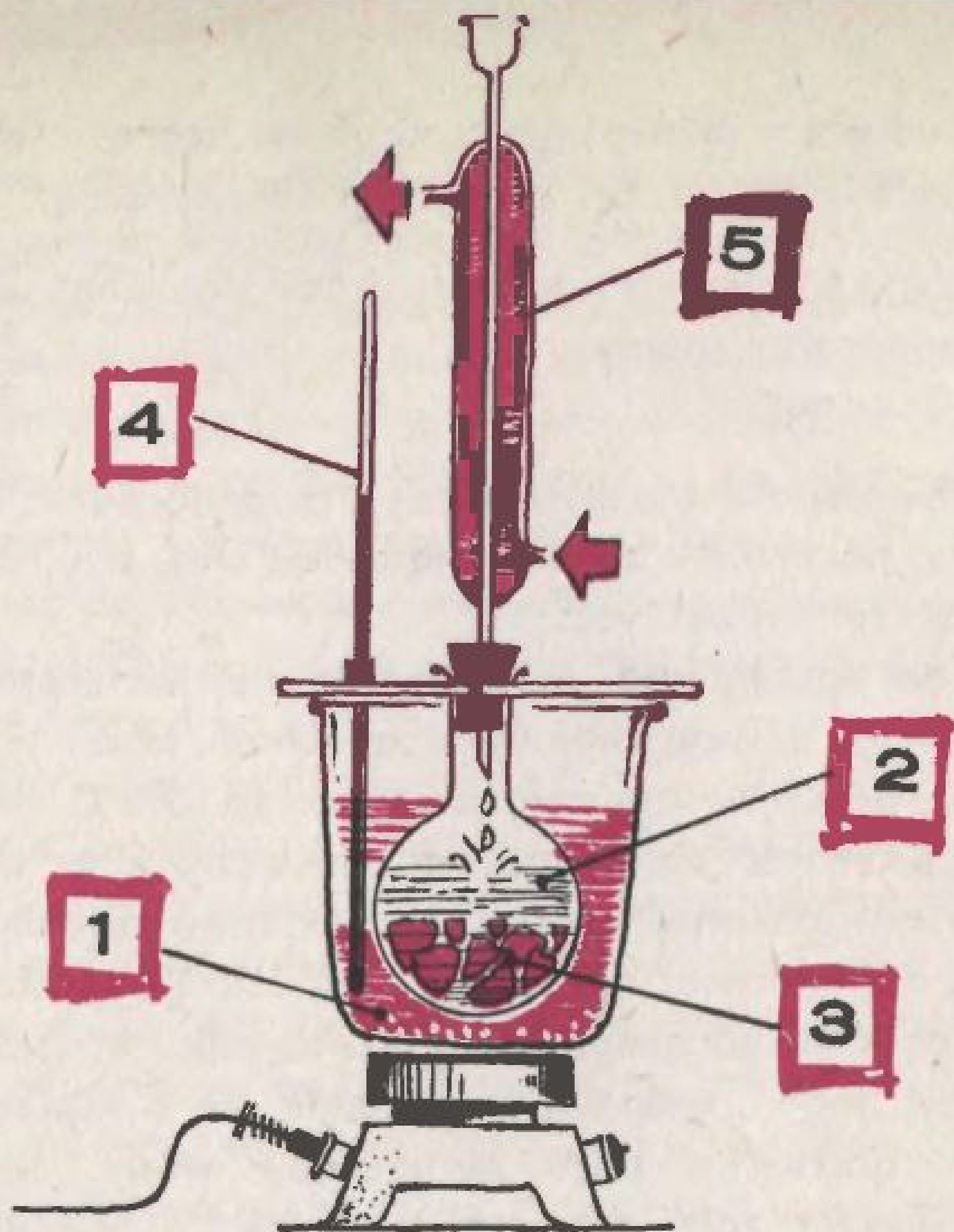
A teraz chociaż jeden przykład praktycznego wykorzystania łaźni wodnej.

Chcesz, powiedzmy, wykonać uniwersalne papierki wskaźnikowe, których zmiana barwy informuje o odczynie środowiska. Do tego celu decydujesz się sporządzić alkoholowy wyciąg z liści czerwonej kapusty.

Kawałeczkami liści kapusty napełniasz więc kolbkę okrągłodenną, wlewasz odbarwiony denaturat, kolbkę ustawiasz na łaźni wodnej, wylot szyjki zamykasz osadzoną pionowo chłodnicą zwrotną i rozpoczynasz ogrzewanie. Aparaturę taką możesz sobie obejrzyć na rysunku obok.

Wrzący alkohol skrapla się w chłodnicy zwrotnej i powraca do kolbki. Dzięki temu wymywanie barwnika z kapusty może trwać 20—30 minut bez obawy straty rozpuszczalnika.

Natomiast gdy zachodzi potrzeba ogrzewania preparatów w sposób równomierny do temperatury powyżej



1 ŁAŹNIA WODNA

2 ODBARWIONY DENATURAT

3 LIŚCIE CZERWONEJ KAPUSTY

4 TERMOMETR

5 CHŁODNICA ZWROTNA

100°C, wówczas łaźnię musisz napełnić którąś z wysokowrzących substancji. Do dyspozycji Twojej stają:

gliceryna (niepalna)	zakres pracy do temp.	200°C;
olej mineralny (palny)	,, ,, ,, ,,	250°C;
parafina (palna)	,, ,, ,, ,,	300°C.

Aby zmniejszyć możliwość zapalenia się par oleju lub parafiny, naczynie z ogrzewaną kolbą musi być możliwie jak najszczelniej zakryte.

Gdy do napełnienia łaźni użyjesz olej mineralny, musisz się liczyć z dosyć niemiłym zapachem, który wydziela się przy pracy w temperaturze ponad 200°C. Nie daj się tylko zwieść dowcipnisiom, doradzającym dodanie paru kropli osolonej wody. Dodatek ten ma jakoby całkowicie zlikwidować ów niemiły zapach. W rzeczywistości dodanie do gorącego oleju nawet kilku kropel wody powoduje jego gwałtowne pienienie się i kipienie. Po dodaniu dosłownie paru milimetrów wody, cały olej z łaźni wykipi, zalewając stół, podłogę i otoczenie. Wynika stąd jasno, że i sam musisz tak pracować, aby do łaźni nie dostała się nawet kropelka wody.

Jeżeli jednak woda się dostanie, natychmiast wyłącz źródło ciepła i stół wokół łaźni obłóż grubo gazetami. Woda jako cięższa od oleju, opada na dno naczynia, tam zamienia się stopniowo w parę i powoduje kipienie. Niestety, na przebieg tej reakcji nie masz zupełnie wpływu. Możesz jedynie myśleć o zmniejszeniu szkód stąd pochodzących.

O kipieniu łaźni olejowej, gdy się do niej dostanie woda, napisałem specjalnie dlatego, iż jest to głupi, lecz

wiecznie powtarzany sposób robienia kawałów młodym, niewprawnym jeszcze, eksperymentatorom.

Prostym, a jednocześnie bardzo pomocnym urządzeniem jest łaźnia powietrzna. Jej zadanie polega na równomiernym rozłożeniu temperatury na całej powierzchni ogrzewanego naczynia. Powiedzmy, iż na siatce azbestowej stawiasz kolbkę i rozpoczynasz ogrzewanie, Ciepło płomienia palnika stopniowo nagrzewa całą powierzchnię siatki azbestowej. Od niej z kolei ogrzewa się dno kolbki i na tym koniec, bo jej boki nie tylko, że się nie ogrzewają, ale wręcz ciepło odprowadzają.

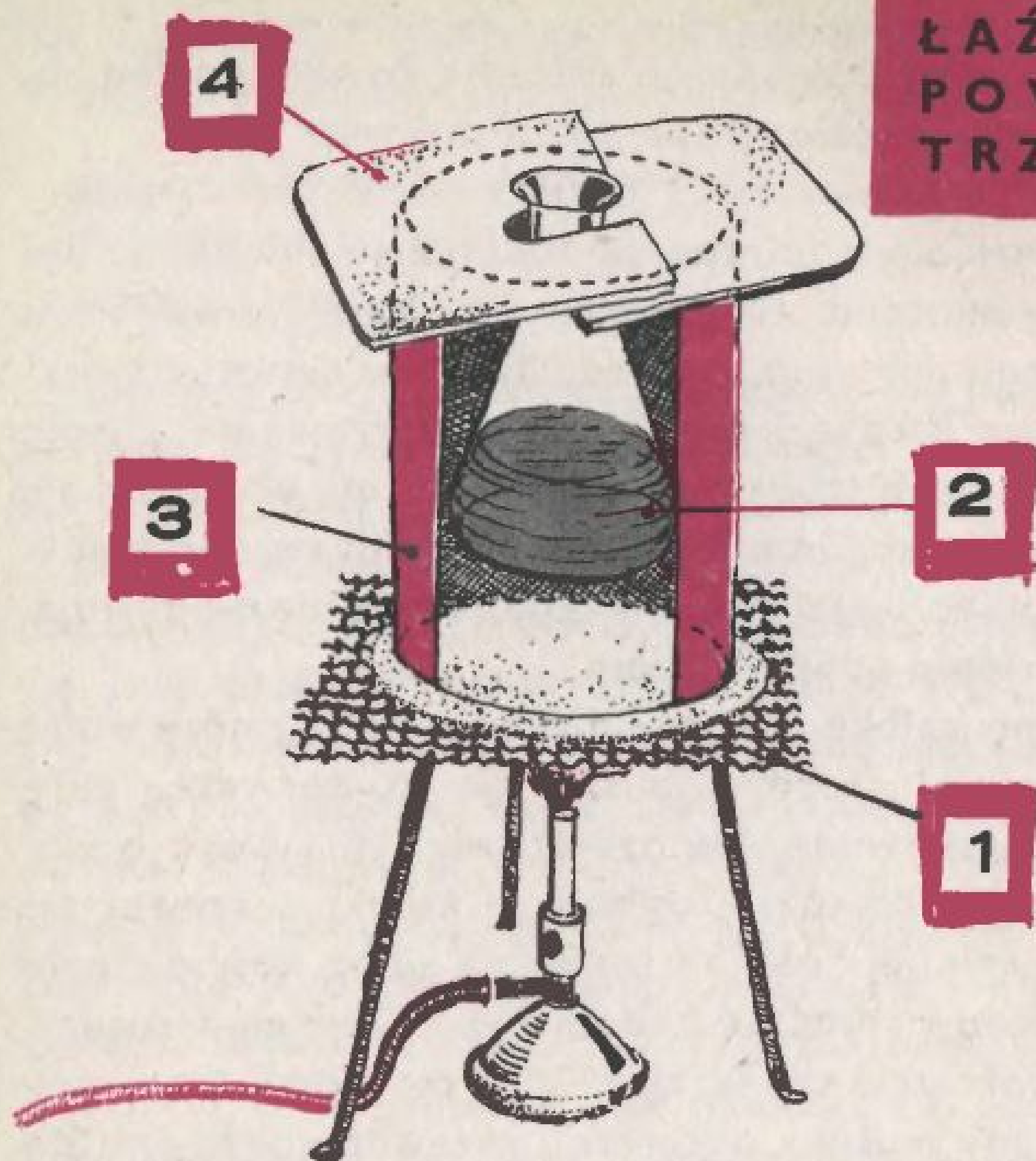
A teraz na kolbkę stojącą na siatce, nałóż z góry walec z odpowiedniej średnicy puszki po konserwach, górę walca zamknij dwudzielną azbestową pokrywką z otworem na szyjkę. Po takim osłonięciu kolbki ogrzewać się zaczną właśnie jej boki. W sumię, tą samą ilością ciepła kolbkę można ogrzać do znacznie wyższej temperatury.

Ostatni wreszcie typ łaźni, zwanej piaskową, używamy wówczas, gdy musimy naczynie ogrzewać godzinami do temperatury 300—400°C. Ma to miejsce np. podczas depolimeryzacji tworzyw sztucznych, przy otrzymywaniu kwasu azotowego — HNO_3.

Piasek użyty do napełniania naczynia musi być bardzo dokładnie przemyty, przesiany i wysuszony. Ten ostatni szczegół jest specjalnie ważny, bo wilgotny piasek może spowodować pęknięcie szklanego naczynia.

Łaźnia piaskowa odznacza się wielką pojemnością cieplną oraz dużymi stratami. Dlatego też do jej ogrzewania musisz użyć duży palnik np. Mekera lub kuchenkę elektryczną. Piasku nie syp zbyt wiele, jego warstwa

ŁAŹNIA POWIETRZNA



1 SIATKA AZBESTOWA

2 NACZYNIE Z PREPARATEM

3 WALEC METALOWY (BEZ DNA)

4 DWUDZIELNA POKRYWA AZBESTOWA



1 TERMOMETR

2 WYMYTY, SUCHY PIASEK

3 PALNIK MECKERA

4 OGRZEWANY PREPARAT

5 KOLBA OKRĄGŁODENNA

wokół ogrzewanego naczynia nie powinna przekraczać 5—6 centymetrów. Nie zapominaj, że piasek jest złym przewodnikiem ciepła.

Na zakończenie jeszcze jedna bardzo ważna uwaga. Łaźnie cieczowe, z wyjątkiem wodnej, musisz zaopatrzyć w termometr. Ale pamiętaj, że jego wskazania będą zawsze wyższe o 5—10°C od temperatury ogrzewanego w naczyniu preparatu.

Prażenie osadów w tyglu

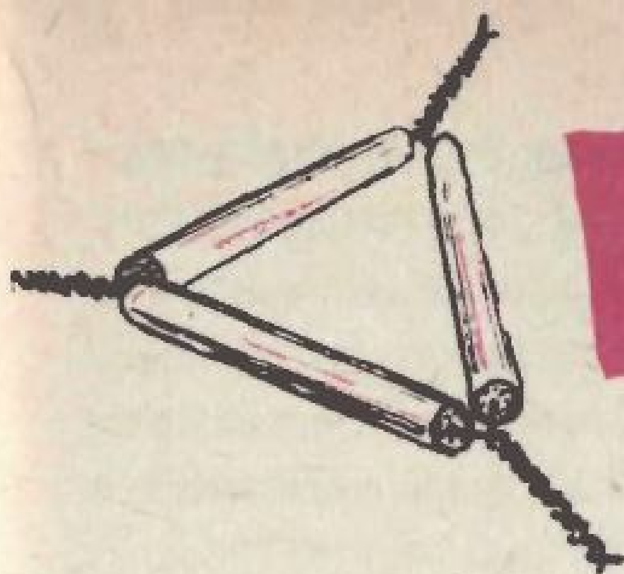
Umiesz już ogrzewać zlewki, parowniczki, czy kolbki na różnych łaźniach, przyszła więc kolej na prażenie osadów w tyglach oraz na czynność z tym związaną, a więc prażenie samych tygli.

Zacznę od odpowiedzi na Twoje zupełnie naturalne pytanie:

Po co jest ta czynność i co się dzięki niej uzyskuje?

Prażenie tygli jest jedną z podstawowych czynności podczas wykonywania chemicznych analiz metodą wagową. Chcesz, dajmy na to, oznaczyć ilościowo zawartość Na_2SO_4 w jakimś preparacie czy mieszaninie. Przykład ten wziąłem z życia, gdyż **siarczan sodowy — Na_2SO_4**, wchodzi często w skład zestawu soli do galwanicznego niklowania.

A więc odważoną próbkę preparatu rozpuszczasz w wodzie, po czym dodajesz 5% wodnego roztworu **chlorku barowego — $BaCl_2$**. Jeżeli w badanej próbce znajdował się związek zawierający anion SO_4^{2-}, wówczas natych-



TRÓJKĄT DO TYGLI

miast wytrąca się nierozpuszczalny, biały osad **siarczanu barowego — $BaSO_4$:**



$$Na_2SO_4 + BaCl_2 \rightarrow 2NaCl + BaSO_4\downarrow$$

Po kilkunastominutowym ogrzewaniu osad $BaSO_4$ się odsącza, suszy, po czym wraz z sączkiem umieszcza w parowniczym tygielku i waży — przypominasz.

Stop, jeszcze nie. Zanim sączek z osadem $BaSO_4$ wyląduje w tygielku, musisz tygielek wyprażyć do stałej wagi. Tym mianem w języku laboratoryjnym określamy czynności związane z przygotowaniem tygielka do analizy ilościowej.

Po bardzo dokładnym umyciu i wysuszeniu tygielek zważ, ale niestety — koniecznie na wadze analitycznej, bo trzeba dokonać tego w gramach, z dokładnością do czwartego znaku po przecinku, po czym wypraż w płomieniu palnika. W tym celu na metalowy trójnóg lub żelazne kółko statywu połóż specjalny trójkąt do tygli.

Jak widzisz na rysunku, trójkąt taki składa się z trzech rurek ceramicznych nałożonych na splecione ze sobą końcami kawałeczki stalowego drutu. Tygiel umieszczasz w trójkącie, po czym ogrzewasz go palnikiem. Najlepiej

do tego celu nadaje się palnik Mekera. Po 10—15 minutach prażenia tygiel ostudź najlepiej w eksikatorze , po czym zważ ponownie. Okaże się, że masa tygla po prażeniu zmalała. Wobec tego prażysz go jeszcze raz przez 10 minut, studzisz i ważysz. Postępujesz w ten sposób tak długo, aż różnica masy dwu kolejnych ważeń nie przekracza już 0,0005 g.

I taki właśnie zespół czynności nazywamy prażeniem do stałej wagi. Gdy osiągniesz już stałą wagę, możesz do takiego tygla włożyć suchy sączek z osadem $BaSO_4$. Ogrzewając ostrożnie tygiel świecącym płomieniem spal sączek, po czym rozpocznij 20—30 minutowe ostre prażenie osadu $BaSO_4$. Po tym czasie tygiel z zawartością ostudź w eksikatorze, zważ, i z różnicy oblicz masę $BaSO_4$.

Teraz już jedno proste obliczenie stechiometryczne* pozwoli Ci określić, ile SO_4^{-2} zawiera dana ilość siarczanu barowego.

Podobnych przykładów można podać bardzo wiele. Jedne osady praży się 20 minut, inne ponad 2 godziny. Porcelanowe tygielki mogą być otwarte albo z przykrywami. Zawsze jednak musisz taki tygielek ogrzewać palnikiem. Jeżeli używasz palnik Mekera, odległość dna tygla od górnej powierzchni palnika powinna wynosić 3—5 cm. Natomiast gdy stosujesz palnik Teclu, wówczas ustawiasz go tak, aby przy maksymalnie otwartym dopływie gazu, dno tygla znajdowało się 0,5 cm nad zewnętrznym stoż-

* Sposób prowadzenia obliczeń stechiometrycznych masz podany w książeczkach *Ciekawe doświadczenia*, *część I* i *Pierwiastki w moim laboratorium*.

kiem płomienia. Tygielek podczas prażenia powinen być ciemnoczerwony.

A teraz jeszcze sprawa samego sączka. Jak wiesz, po spalaniu gazety, kartki z zeszytu czy kawałka bibuły, zawsze otrzymujemy czarną pozostałość, której masy, zwłaszcza w analizie ilościowej, nie wolno jest pomijać w obliczeniach. Dlatego też zwęglone resztki sączka muszą zostać całkowicie spalone. Zachodzi to dopiero podczas silnego ogrzewania tygla i przy swobodnym dostępie powietrza. W tych warunkach resztki węgla ulegają spaleniu.

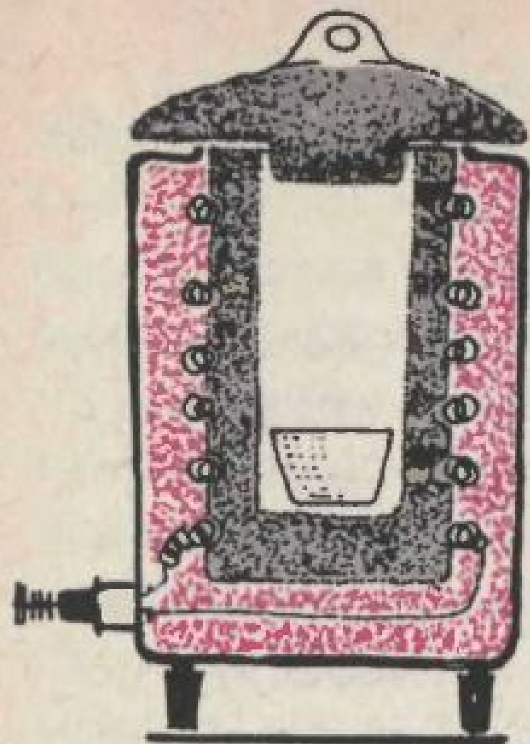
Palnikiem Mekera czy Teclu możesz jednak ogrzewać i prażyć jedynie tygielki małe o pojemności 5—10 cm^3 i to tylko do temperatury 600—700°C. Skoro więc zachodzi potrzeba prażenia tygla większego lub do temperatury rzędu 800—900°C, wówczas musisz użyć koniecznie elektryczny piec oporowy.

Piec w akcji

Istnieją dwa typy oporowych pieców laboratoryjnych:

— piece tyglowe,
— piece muflowe.

Pierwsze z nich mają zwykle budowę cylindryczną i są otwarte od góry. Wewnątrz znajduje się pionowa komora szamotowa, do której można wstawić 3—5 małych tygielków lub jeden duży.



PIEC TYGLOWY

Natomiast piece muflowe mają szamotową komorę poziomą, w której pomieścić można nawet kilka dużych tygli.

Czy coś jest niejasnego?

Aha, sama nazwa pieców wydaje Ci się dziwna.

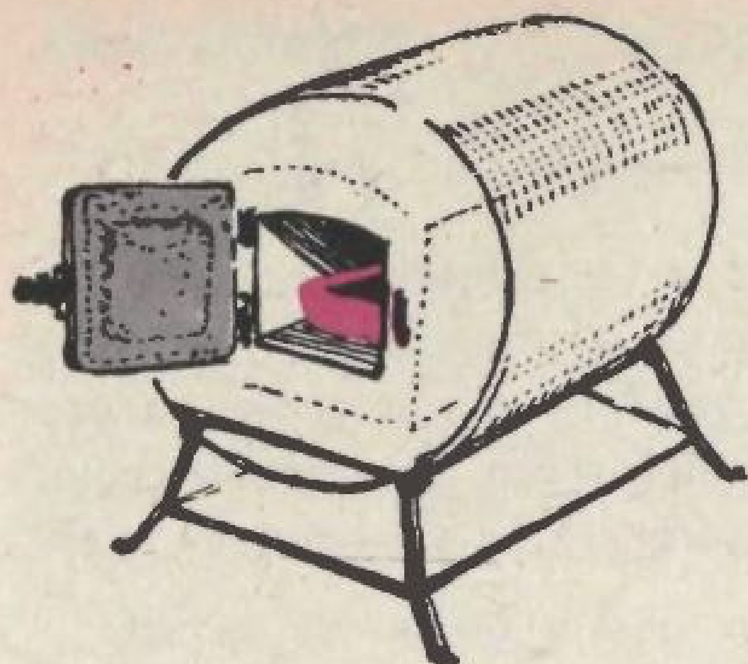
Otóż oba typy pieców laboratoryjnych zwiemy oporowymi, bo elementami grzejnymi są w nich nawinięte na zewnętrzną powierzchnię komory druty oporowe, to jest chromonikelina lub kanthal.

Jak już wspomniałem, podstawową zaletą elektrycznych pieców tyglowych jest możliwość nie tylko uzyskiwania temperatury rzędu 800—900°C, ale również utrzymywania jej przez kilka godzin*.

Ponieważ, jak każdy młody entuzjasta eksperymentu, jesteś niecierpliwy, postawisz więc zaraz zarzut, że w naszej praktyce laboratoryjnej w domu nie zachodzi po-

---

* Opis konstrukcji amatorskiego pieca oporowego znajdziesz w dziale *Na warsztacie* w mies. „Młody Technik''.



PIEC MUFLOWY

trzeba ogrzewania tygli dajmy na to 2 czy 3 godziny. Zaraz Cię przekonam, że się mylisz. Oto przykład:

Chcesz wykonać tzw. farby świecące. Temat pasjonujący wielu młodych chemików. Farby świecące to głównie siarczki wapniowców, które wystawione jakiś czas na słońce i przeniesione później do ciemności, świecą przez kilka godzin. Mamy tu do czynienia ze zdolnościami; magazynowania energii świetlnej, a następnie z powolnym jej wypromieniowywaniem.

Nie dziwię się, że Cię ten temat zainteresował. Podaję więc przepisy na farby świecące:

1) W porcelanowym tyglu praż przez 3—4 godziny 80 g **węglanu wapniowego — $CaCO_3$**, zmieszanego z 50 g **tlenku wapniowego — CaO**, z 20 g **sody — Na_2CO_3**, i z 70 g **siarki — S.** Po wyprażeniu masę musisz zemleć jak najdrobniej.
2) Odważ osobno:

węglan strontowy — $SrCO_3$	200 g;
siarka — S	60 g;

soda krystaliczna — Na_2CO_3 4 g;
chlorek sodu — NaCl 2,5 g;
azotan bizmutowy — $Bi(NO_3)_3$ 0,4 g.

Mieszaninę wszystkich podanych składników wsyp do tygla, przysyp warstewką mąki ziemniaczanej i praż do czerwonego żaru przez 3 godziny, a następnie bardzo powoli ostudź i zmiel. Zmiel tylko zawartość tygla, zmielenie samego tygla nastręczyłoby Ci bowiem wielu trudności!

3) wodorotlenek wapniowy — $Ca(OH)_2$ 25 g;
siarka — S 6 g;
mąka ziemniaczana 2 g.

Po wymieszaniu tych składników dolej 0,5 g **azotanu bizmutawego — $Bi(NO_3)_3$** w 80 g alkoholu z dodatkiem 2—3 kropli kwasu solnego. Całość bardzo dokładnie wymieszaj, a gdy alkohol wyparuje, praż w tyglu przez 30 minut do jasnego żaru. Po ostudzeniu i sproszkowaniu otrzymasz proszek, który trzeba ponownie prażyć przez 1 godzinę w temperaturze ciemnoczerwonego żaru.

Wszystkie 3 opisane właśnie proszki świecące muszą być przed ostatecznym użyciem dokładnie zmielone i przesiane przez gęsty jedwab.

A teraz, w celu ich zarobienia na farbę, najlepiej będzie użyć następującą mieszaninę:

20 g żelatyny rozpuść w 100 g wody, do której poprzednio zostało dodane 3 g **dwuchromianu potasu — $K_2Cr_2O_7$**. Do tego roztworu dodaj 10 g bieli cynkowej i 15—20 g odpowiedniego proszku świecącego.

Czym chłodzić?

Od temperatur bliskich 100°C przenieśmy się teraz do leżących w okolicy 0°C, bądź też nawet poniżej 0°C. I tak, na przykład, przy wykonywaniu wielu preparatów organicznych, jak aldehydów, eteru czy estrów (co zostało opisane w książce *Elementarz Chemii Organicznej*) zachodzi potrzeba oziębiania odbieralnika do temp. +2—6°C.

Oczywiście woda z sieci wodociągowej do tego celu się nie nadaje, gdyż nawet zimą jej temperatura waha się około 10°C.

Przygotuj proszę 3 większe probówki i napełnij je do 3/4 objętości wodą. Probówki z wodą ustaw w pozycji pionowej obok siebie, po czym kolejno dodaj:

do pierwszej — 2—3 ml stężonego kwasu siarkowego — H_2SO_4;
do drugiej — 5—8 g chlorku sodu — $NaCl$;
do trzeciej — 5—8 g azotanu sodu — $NaNO_3$ lub azotanu amonu — NH_4NO_3.

Pręcikami szklanymi zamieszaj zawartości probówek, a następnie dotknij probówek ręką. Z łatwością zauważysz, że probówka pierwsza silnie się rozgrzała, temperatura drugiej jest równa temperaturze otoczenia, natomiast trzecia... no śmiało mów, co czujesz, — wydaje się o wiele zimniejsza od temperatury otoczenia. Tak, masz rację, możesz to łatwo sprawdzić za pomocą termometru, a jeżeli go nie masz, to rosa osiadająca na zewnętrznych ściankach probówki będzie wystarczają-

cym dowodem, iż temperatura cieczy jest o wiele niższa od temperatury otoczenia.

Dlaczego tak się dzieje?

Do zjawiska wydzielania się ciepła podczas rozcieńczania **kwasu siarkowego — H_2SO_4**, wodą, jesteś już przyzwyczajony, dalej nieobcy Ci jest również fakt silnego rozgrzewania się naczyń, w których prowadzone jest rozpuszczanie stałego **wodorotlenku sodu — NaOH**, czy też **potasu — KOH**. Nie bardzo natomiast umiesz wyjaśnić sobie oziębienie się probówki trzeciej.

Otóż, sprawcą tego zjawiska jest tzw. reguła przekory.

Czy myślisz, że przekora jest tylko Twoim monopolem? Gdy trzeba iść spać, Ty właśnie chciałbyś eksperymentować, gdy pora na naukę, Ty akurat musisz koniecznie coś nagrywać na magnetofon. O nie — przekora jest jednym z podstawowych praw przyrody. Ogólnie mówiąc — zasada przekory polega na tym, że każdy układ przeciwdziała wszelkim ingerencjom z zewnątrz.

Wyjaśnię Ci to dokładniej na konkretnym przykładzie.

Rozpuszczalność gazu CO_2 w wodzie zależy od temperatury i ciśnienia. Jeżeli więc na mieszaninę CO_2 i wody wywrzesz ciśnienie, wówczas część CO_2 rozpuści się w wodzie, a tym samym wypadkowe ciśnienie spadnie.

Albo inaczej. Co się dzieje, jeżeli oziębiasz nasycony na gorąco roztwór, np. $CuSO_4$? Oczywiście wytrącą się kryształy. A co będzie, jeżeli zimny roztwór z kryształami ogrzejesz?

— Rozpuszczą się.

Zgoda. Otóż w jednym i w drugim przypadku działała reguła przekory. Układ woda — kryształy $CuSO_4$ dążył do zachowania równowagi, to znaczy stanu nasycenia. Ponieważ ilość rozpuszczonego $CuSO_4$ w stanie nasycenia zależy od temperatury, skoro zmieniasz temperaturę, układ reaguje zmianami ilości rozpuszczonego $CuSO_4$. Stąd już krok do tajemniczego zachowania się probówki trzeciej.

Bo jeżeli do wody dosypiesz związek, którego rozpuszczalność silnie wzrasta ze wzrostem temperatury, wówczas zgodnie z regułą przekory mieszanina taka silnie się oziębi, czyli, jak gdyby przeciwdziała dalszemu rozpuszczaniu się substancji.

Ponieważ ilości ciepła pochłanianego podczas rozpuszczania się w wodzie różnych związków są znaczne, stąd też możesz bardzo łatwo uzyskiwać niskie temperatury.

A oto, do jakiej temperatury oziębi się 100 cm^3 wody o temperaturze 15°C, jeżeli do niej dodasz podane poniżej ilości różnych soli.

Rodzaj soli	Ilość gramów soli na 100 cm^3 H_2O	Uzyskiwana temp. °C
Octan sodu — $Na(CH_3COO)$	85	— 4,5
chlorek amonu — NH_4Cl	30	— 5,2
azotan sodu — $NaNO_3$	75	— 5,5
tiosiarczan sodu — $Na_2S_2O_3$	100	— 8,0
chlorek wapniowy — $CaCl_2$	200	— 11,0
azotan amonu — NH_4NO_3	60	— 13,5
„ „ „	130	— 17,5

A więc, jak widzisz, z 15°C 100 cm³ wody ochłodzić możesz nawet do ok. –17°C. Oczywiście, że rozpuszczoną sól możesz następnie przez odparowanie wody odzyskać i użyć ponownie.

Znacznie jeszcze niższą temperaturę uzyskujemy sporządzając mieszaninę lodu lub śniegu z odpowiednimi solami. Ponieważ lodówka znajduje się już dzić prawie w każdym domu, a tym samym zdobycie miseczki lodu nie stanowi problemu, podam Ci składy paru drobnych mieszanin oziębiających.

Rodzaj soli	Ilość gramów soli na 100 g lodu lub śniegu	Uzyskiwana temp.
Chlorek wapniowy — $CaCl_2$	35	– 10
tiosiarczan sodu — $Na_2S_2O_3$	65	– 11
chlorek potasu — KCl	30	– 11
chlorek amonu — NH_4Cl	25	– 15,5
azotan amonu — NH_4NO_3	59	– 18,5
chlorek sodu — NaCl	33	– 21,0
chlorek wapniowy — $CaCl_2$	143	– 50,0

Jasne, że z uwagi na taniość i dostępność, na pewno skorzystasz z **chlorku sodu — NaCl.**

Na zakończenie jeszcze tylko parę słów na tematy ekonomiczne. Otóż wytworzyć niską temperaturę, to nie sztuka, ale sztuka ją długo utrzymać. Dlatego też, o ile to jest możliwe, mieszaninę oziębiającą sporządź w termosie z szeroką szyjką i w nim umieść oziębiane

1 OSŁONA ZE STYROPIANU

2 KOLBA Z PREPARATEM

3 NACZYNIE Z MIESZANINĄ OZIĘBIAJĄCĄ



MIEJSCE PODZIAŁU NA POŁOWY

naczynie. Jeszcze inny prostszy sposób oszczędnego gospodarowania zimnem widzisz na rysunku obok.

Kolbka, w której zachodzi reakcja umieszczona jest w dużej zlewce napełnionej mieszaniną oziębiającą. Aby do minimum zmniejszyć straty cieplne, zlewka stoi na kawałku świetnej izolacji termicznej, styropianie. Również i ze styropianu wykonane są boczne osłony zlewki.

Jeżeli opanujesz już czynności związane z prażeniem i oziębianiem, to bardzo poszerzysz ilość doświadczeń możliwych do przeprowadzenia w Twoim laboratorium. Ponieważ, jak obaj wiemy, odczynniki są trudne do zdobycia, nabieraj wprawy na możliwie najłatwiej dostępnych.



2 PRÓŻNIA W TWOIM LABORATORIUM

Nie, nie, mój kochany, nie chciałem był złośliwy. Tytuł rozdziału nie wiąże się wcale z niezupełnie pełnymi półkami w Twoim laboratorium oraz brakami w wyposażeniu. Tytuł dotyczy bardzo ważnego narzędzia pracy, jakim jest posługiwanie się próżnią.

Na wstępie pragnę Ci wyjaśnić, iż w potocznym języku laboratoryjnym mianem próżni określa się podciśnienie. Stąd też próżniowe sączenie, destylacja próżniowa itd. Są to procesy prowadzone pod silnie obniżonym ciśnieniem.

Zalety i wady procesów próżniowych

Podstawowe zalety laboratoryjnych procesów prowadzonych pod zmniejszonym ciśnieniem to wybitne obniżenie temperatury przemian fizycznych czy reakcji chemicznych, a dalej przyspieszenie różnych procesów fizycznych.

Nie potrzebuję Ci chyba przypominać, że na przykład temperatura wrzenia cieczy zależy od ciśnienia, pod jakim się ona znajduje.

W zwykłych warunkach woda wrze w temperaturze 100°C. Jednak w nowoczesnych kotłach elektrowni, pracujących pod ciśnieniem 40 atmosfer, woda wrze dopiero przy 450°C. I przeciwnie, obniżając ciśnienie, możemy wodę doprowadzić do wrzenia nawet w zwykłej temperaturze otoczenia. Oczywiście, że podobnie na zmiany ciśnienia reagują i inne ciecze, ale o tym pomówimy już w następnym rozdziale, gdy zajmiemy się różnymi rodzajami destylacji.

Również zmniejszenie ciśnienia w eksikatorze wybitnie ułatwi i przyspieszy proces suszenia różnych związków.

Z kolei, podciśnienie jest naszym ogromnym sojusznikiem przy sączeniu, a zwłaszcza przy sączeniu żelów i osadów koloidalnych oraz drobnych zawiesin. Sam się zresztą o tym zaraz przekonasz. Ale tak, jak każdy medal ma dwie strony, tak też i technika pracy pod zmniejszonym ciśnieniem, posiada i swoje cienie. Nie da się ukryć, że do tych cieni należą:

— konieczność dysponowania kurkiem wodnym i odpływem wody;

— konieczność zgromadzenia odpowiedniego wyposażenia.

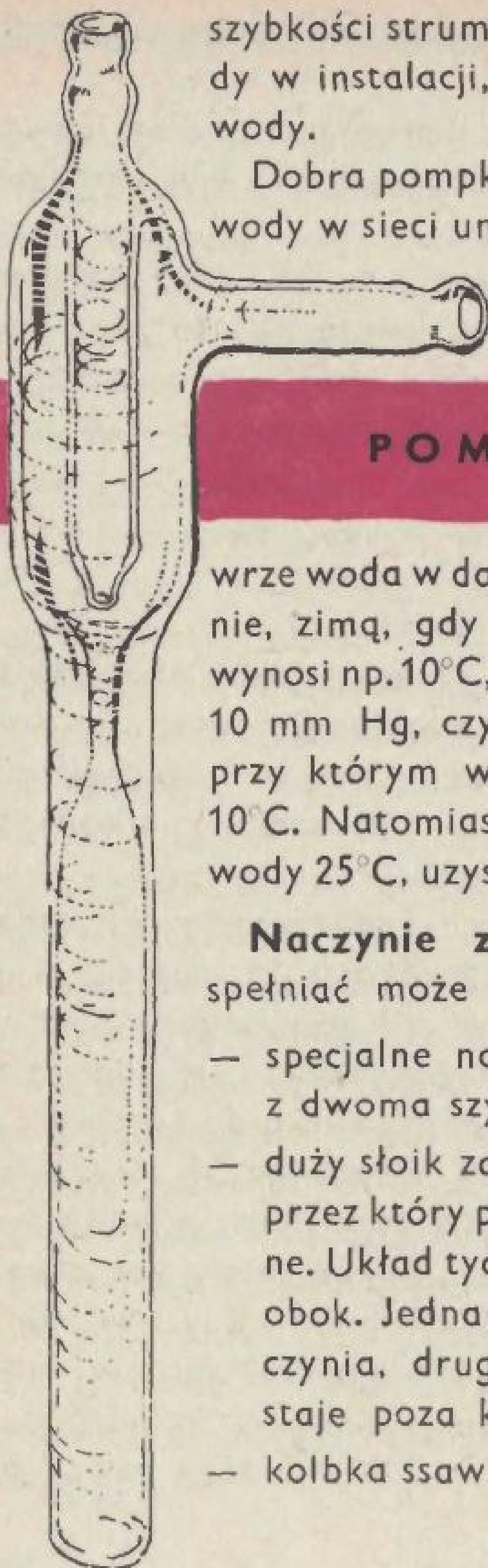
Kurek z bieżącą wodą jest warunkiem podstawowym, bo do niego mocowane jest urządzenie wytwarzające w laboratorium podciśnienie.

Z kolei z uwagi na bezpieczeństwo, jak Ci już mówiłem w rozdziałach 1 i 2 części I tej książeczki, **do prac pod zmniejszonym ciśnieniem nie wolno! stosować zwykłych szklanych naczyń cienkościennych.**

O tym, co *mieć musisz*

Pompka wodna. Widzisz ją na rysunku obok. Może być wykonana ze szkła lub z metalu. Oczywiście pompki metalowe (do nabycia w sklepach) są o wiele trwalsze, ale też i droższe. Pompkę taką za pomocą kawałka węża gumowego zamocujesz na kurku.

Z chwilą otwarcia kurka, woda wpadając bardzo ostrym strumieniem o dużej szybkości do rozszerzającej się dyszy, porywa ze sobą w dół powietrze z komory dyszy. Tym samym, w komorze wytwarza się podciśnienie, co powoduje zasysanie boczną rurką do komory następnych porcji powietrza czy innych gazów. Gazy porwane strumieniem powietrza zostają wraz z wodą wyrzucone na zewnątrz. Pompka wodna działa tak długo, jak długo przepływa przez nią strumień wody. Wysokość uzyskiwanego podciśnienia, które określamy w milimetrach słupa rtęci — Hg (przypominam — normalne ciśnienie, czyli 1 atmosfery = 760 mm Hg), zależy od



szybkości strumienia, a więc i ciśnienia wody w instalacji, jak też i od temperatury wody.

Dobra pompka przy normalnym ciśnieniu wody w sieci umożliwi Ci uzyskanie podciśnienia odpowiadającego ciśnieniu, przy którym

POMPA WODNA

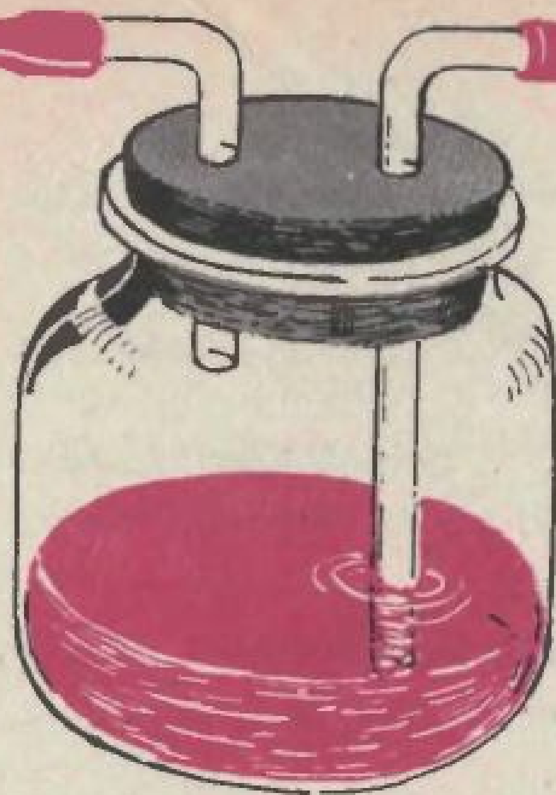
wrze woda w danej temperaturze. Konkretnie, zimą, gdy temperatura wody w sieci wynosi np. 10°C, można uzyskać ciśnienie ok. 10 mm Hg, czyli odpowiadające ciśnieniu, przy którym woda wrze w temperaturze 10°C. Natomiast latem, przy temperaturze wody 25°C, uzyskasz już tylko k. 23 mm Hg.

Naczynie zabezpieczające. Rolę tę spełniać może

— specjalne naczynie tzw. flaszka Wulfa z dwoma szyjkami;

— duży słoik zamknięty szczelnie korkiem, przez który przechodzą dwie rurki szklane. Układ tych rurek widzisz na rysunku obok. Jedna z nich sięga aż do dna naczynia, druga jest krótka i ledwo wystaje poza korek;

— kolbka ssawkowa.



NACZYNIE ZABEZPIECZAJĄCE

Pamiętaj, że naczynie zabezpieczające jest konieczne i musi wchodzić w skład każdego zestawu do prac pod zmniejszonym ciśnieniem, skoro korzystasz z pompki wodnej. O tym, że nie rzucam słów na wiatr, przekonasz się niedługo, gdy przejdziemy do doświadczeń.

Kolbki stożkowej próżniowej oraz lejka sitowego nie będą Ci już przedstawiał, gdyż znajomość z nimi zawarta została w rozdziale 1 część I.

W prawdziwych, dużych laboratoriach do prac próżniowych stosowane są jeszcze manometry rtęciowe zwane próżniomierzami, oraz kurki szklane dwu- i trójdrożne. Pierwsze z tych urządzeń służy do pomiaru ciśnienia panującego w aparaturze, zaś drugie umożliwiają łatwe dzielenie aparatury na szczelnie zamknięte części (coś jak wnętrze statku podzielone grodziami), które możemy otwierać i zamykać bez obawy dopuszczenia powietrza do całej aparatury.

Twarożek i sączenie próżniowe

Przystępujemy do pierwszego doświadczenia, w którym wykorzysztasz podciśnienie. Po pierwsze zmontuj aparaturę, tak jak to widzisz na rysunku obok. Składa się ona z osadzonej na kurku pompki wodnej, naczynia zabezpieczającego oraz próżniowej kolbki stożkowej z tubusem i osadzonego w szyjce kolbki porcelanowego lejka sitowego.

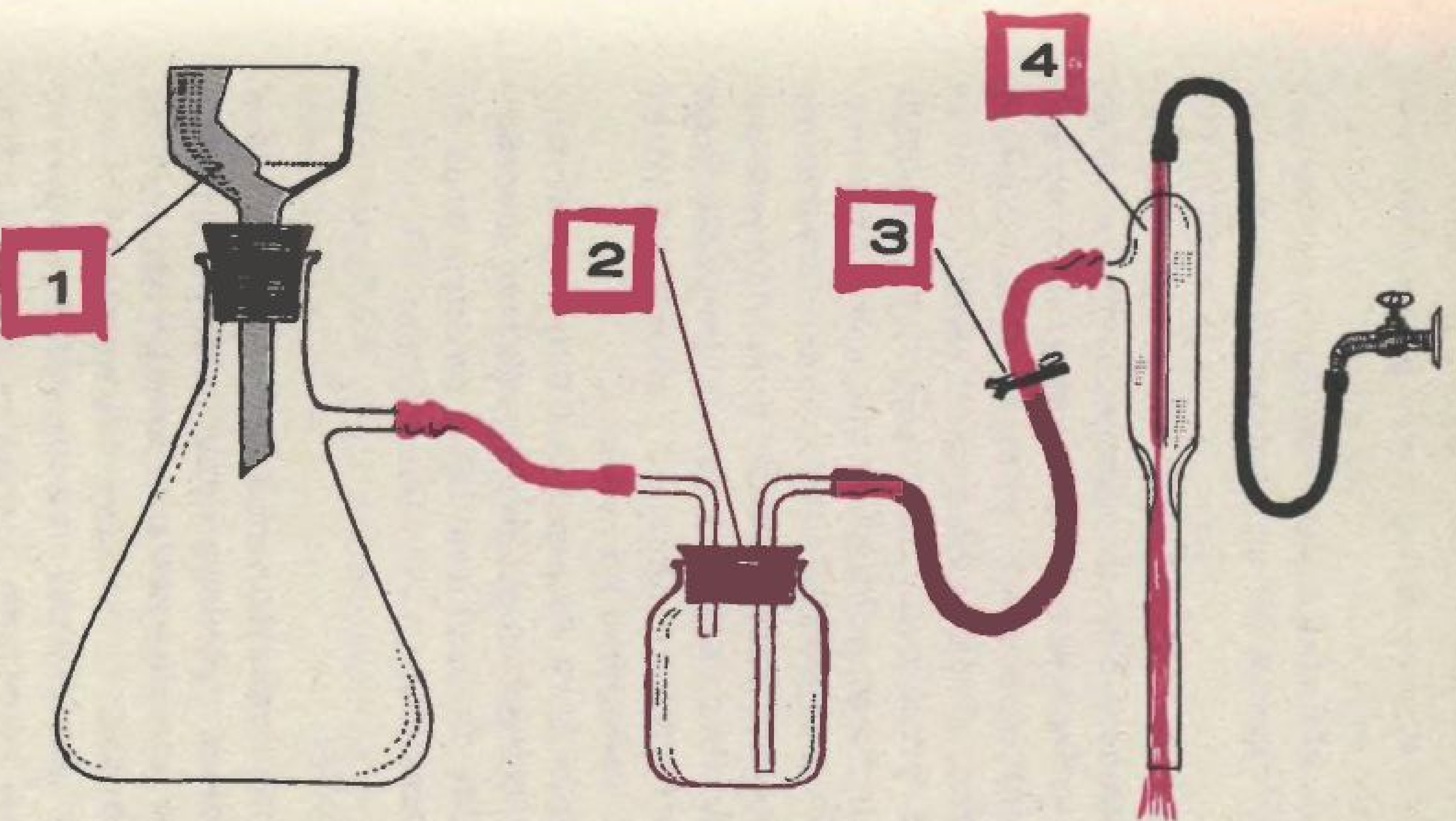
Osobno do celów porównawczo-kontrolnych ustaw erlenmajerkę ze zwykłym lejkiem szklanym i sączkiem z bibuły.

Teraz w dużej zlewce sporządź mieszaninę bardzo drobnego piasku z wodą. Mieszaninę taką wlej, oczywiście po bagietce do sączka na lejku szklanym. Następnie wytnij z bibuły filtracyjnej krążek wchodzący dokładnie do wnętrza lejka sitowego, krążek ten zwilż wodą, połóż go na dnie lejka, po czym otwórz kurek wodny. Gdy otworzysz dopływ wody, zacznie działać pompka, wówczas nalej do lejka sitowego na bibułę porcję wody z piaskiem.

Zarówno na lejku zwykłym, jak i na sitowym woda bardzo szybko spływa w dół, a piasek pozostaje na sączku.

Wobec tego w zlewce 0,5 dm^3 wykonaj gęstą wodną zawiesinę jednej z trzech wymienionych substancji: **wodorotlenku wapniowego — $Ca(OH)_2$,** kredy, lub **tlenku cynku — ZnO**.

Tym razem każda z tych mieszanin umieszczona wewnątrz zwykłego sączka, rozdziela się bardzo powoli. Ot, dosłownie, kropla wody kapie z lejka w odstępach minu-



1 LEJEK SITOWY

2 NACZYNIE ZABEZPIECZAJĄCE

3 ZACISKACZ

4 POMPA WODNA

towych. Natomiast ta sama zawiesina wodna wlana do lejka sitowego, nawet przy słabej pracy pompki wodnej, sączy się doskonale.

A teraz uwaga. Napełnij całkowicie lejek sitowy zawiesiną i powoli zakręcaj kurek wodny. Widzisz, co się dzieje?

Otóż woda z pompki cofa się i zaczyna napełniać naczynie zabezpieczające. Gdy już naczynie napełni się do połowy, otwórz całkowicie kurek wodny. Tym razem pracująca na „pełnych obrotach" pompka wodna poprzez rurkę sięgającą dna, opróżnia naczynie z wodą.

Chyba już jesteś przekonany o konieczności stosowania naczynia zabezpieczającego? Gdyby nie ono, przy najmniejszym spadku ciśnienia w sieci, woda natychmiast napełni całą aparaturę. Przeciwdziała temu naczynie zabezpieczające, ale żeby spełniało dobrze swą rolę, jego pojemność musi wynosić co najmniej 1 dm^3, a układ rurek musi odpowiadać podanemu na rysunku.

Nadeszła wreszcie pora na zapowiedziany w podtytule twarożek. Świeżo odważonego, ciepłego jeszcze twarogu z mleka nałóż łyżkę do sączka na lejku zwykłym oraz do sączka w lejku sitowym.

Jaki efekt uzyskałeś?

Jesteś zaskoczony tym pytaniem. Nie widzisz bowiem nic dziwnego w fakcie szybkiego sączenia się pod próżnią w porównaniu do powolnego ślamazarnego sączenia na lejku zwykłym. Powiedz mi, *dlaczego tak się dzieje?*

Ponieważ nie bardzo kwapisz się z odpowiedzią, spytam, *czy widziałeś kiedyś odcedzanie twarogu w woreczku z tka-*

niny? Otóż do woreczka z tkaniny w kształcie stożka wrzuca się świeży twaróg i woreczek wiesza.

Woda, a ściślej mówiąc, serwatka z twarogu, powoli przesącza się przez tkaninę. Serwatka kapie o wiele szybciej, gdy woreczek mocno ściśniemy, lub umieścimy go pod prasą.

Właśnie taką swoistą prasą w stosunku do próżniowo sączonych osadów jest podciśnienie, skoro bowiem w kolbce ssankowej pompka wytworzy ciśnienie rzędu 10—15 mm Hg, wówczas na każdy cm^2 powierzchni osadu na lejku, działa siła ok. 750 mm Hg, czyli blisko 1 atmosfery, a więc 1 kG.

Zmierz wewnętrzną średnicę lejka, a łatwo się przekonasz, że na całą powierzchnię osadu podczas sączenia działa już siła kilkudziesięciu kilogramów. Ona to właśnie dociska osad do sączka i przetłacza wodę poprzez bibułę do kolbki.

Jeszcze o paru bardzo ważnych szczegółach

Chcę Ci jeszcze podać parę rad i wskazówek dotyczących wszelkich prac, prowadzonych pod zmniejszonym ciśnieniem.

Zacznę od sprawy pozornie błahej lecz ważnej, a mianowicie od węży gumowych, czy z tworzyw sztucznych.

Pomijając już sam oczywisty fakt, że wszelkie połączenia muszą być całkowicie szczelne, to musisz pamiętać o stosowaniu specjalnych węży. I tak — do połączenia kurka z pompką wodną, możesz użyć wąż dowolny, byle

złącze zabezpieczyć przed zsunięciem się. Natomiast, już od pompki do naczynia zabezpieczającego i dalej, musisz stosować węże grubościenne. Bo, jeżeli użyjesz do tego celu zwykły wąż cienkościenny, to pod wpływem ciśnienia atmosferycznego (przy podciśnieniu wewnątrz) stanie się on płaski jak wstążka i całkowicie niedrożny. Grube ścianki węża gumowego, czy też z PCW uchronią Cię od takiej niespodzianki. Do prac próżniowych nadaje się doskonale wąż PCW z przekładką tkaninową, tzw. wąż Halifax.

Druga sprawa, to szczelność połączeń. Dopiero teraz przekonasz się i zrozumiesz, co to znaczy dobrze wykonany otwór w korku, czy szczelnie osadzona rurka. Oczywiście, do aparatury próżniowej musisz wszędzie stosować miękkie korki gumowe. Podczas przeprowadzenia przez nie rurek, jak również przy osadzaniu korków w szyjkach kolb, należy je lekko posmarować gliceryną. W przeciwnym razie korek tak się zassie i zwiąże ze szkłem, że będą później poważne kłopoty z jego ruszeniem.

I jeszcze jedna ważna rada. Kończąc jakiś proces próżniowy musisz pamiętać, aby **bardzo powoli** dopuszczać powietrze z zewnątrz aż do całkowitego wyrównania się ciśnień. Chodzi mianowicie o to, że gwałtowne dopuszczenie powietrza do aparatury, w której panuje bardzo niskie ciśnienie, może ją rozerwać, wręcz zniszczyć. Dlatego też **pamiętaj! powietrze dopuszczać powoli małymi porcjami, aby nie ponieść strat i nie narażać się na pokaleczenie.**



3 RÓŻNE RODZAJE DESTYLACJI

W codziennej pracy laboratoryjnej często zachodzi potrzeba przedestylowania różnych cieczy. Pomimo że zabieg ten wydaje się dziecinnie łatwy, to jednak w praktyce napotykasz liczne drobne przeszkody. Jak wykazuje smutna praktyka, właśnie tych pozornie błahych trudności nie wolno Ci lekceważyć, bo to one właśnie decydują o powodzeniu całego przedsięwzięcia. Ot, chociażby taki przykład: użycie niewłaściwej chłodnicy nieraz wręcz uniemożliwia przeprowadzenie destylacji, a zapomnienie o wrzuceniu do kolby porowatego materiału, prowadzi do przegrzania, a często i wykipienia cieczy.

Zdarzyło Ci się to już chyba, prawda?

Aby takich oraz gorszych jeszcze trudności uniknąć, przedstawię Ci możliwie dokładnie różne rodzaje destylacji.

Znamy ich aż 3 odmiany:

— destylacja zwykła,
— destylacja pod zmniejszonym ciśnieniem,
— destylacja z parą wodną.

Rady ogólne i destylacja zwykła

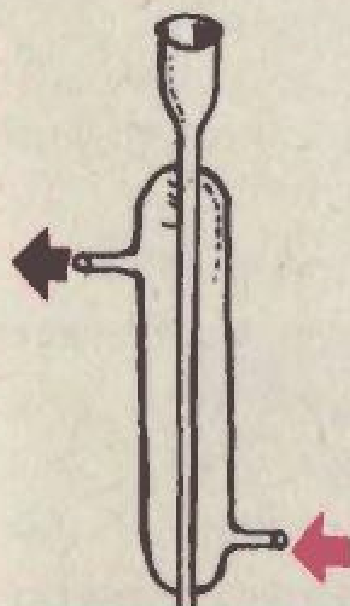
Destylacja stanowi podstawową czynność przeprowadzaną w celu rozdzielenia mieszaniny surowców, a także wydzielania produktu lotnego.

A oto konkretne przykłady. Po przeprowadzeniu różnych doświadczeń zebrała Ci się mieszanina acetonu, lub denaturatu z wodą, czy też łącznie tych trzech cieczy. Z powodzeniem możesz ją rozdzielić, wykorzystując różną temperaturę wrzenia poszczególnych składników. Na to, aby dokonać destylacji niezbędne jest naczynie, chłodnica, odbieralnik oraz źródło ciepła.

Z naczyń najodpowiedniejsza będzie okrągłodenna kolba destylacyjna z bocznym odprowadzeniem. Używając ją, łączysz rurkę boczną z chłodnicą, otwór szyjki zamykasz korkiem, w którym powinien być osadzony termometr. Zbiornik rtęci termometru musi się znajdować na wysokości bocznej rurki odprowadzającej pary z kolby do chłodnicy.

A co zrobić — pytasz — *gdy kolbki takiej brak?*

CHŁODNICE



Po pierwsze nie popadać w panikę i nie ulegać zniechęceniu. Przy odrobinie zaradności, zwykłą destylację możesz wykonać, posługując się normalną kolbką płaskodenną, a nawet zlewką erlenmajerką. W takim przypadku wylot zamykasz szczelnie korkiem, przez który przechodzą — krótka rurka szklana zgięta pod kątem ostrym oraz termometr. Krótka rurka służyć będzie do odprowadzania par z kolbki do chłodnicy.

Teraz z kolei stajeszz przed problemem wyboru chłodnicy. Na rysunkach w różnych książkach i podręcznikach spotkać możesz wiele odmian i form chłodnic. Spróbujemy więc w tę dżunglę chłodnic wprowadzić pewien porządek.

Otóż wszystkie laboratoryjne chłodnice podzielić możesz na wodne i powietrzne.

Z chłodnic wodnych, tzn. takich, w których rurka prowadzącą pary z kolbki, chłodzona jest wodą, bę-



dziesz korzystał wtedy, gdy temperatura wrzenia (a tym samym i skraplania) destylowanej cieczy nie przekracza 120°C. Gdy natomiast temperatura wrzenia Twojej cieczy jest wyższa, wówczas stosujesz chłodnicę powietrzną. Tą bardzo szumną nazwą określa się po prostu długi kawałek rurki szklanej.

Dwie najtypowsze chłodnice wodne, tzw. Liebiga oraz kulkową, widzisz na stronie 129.

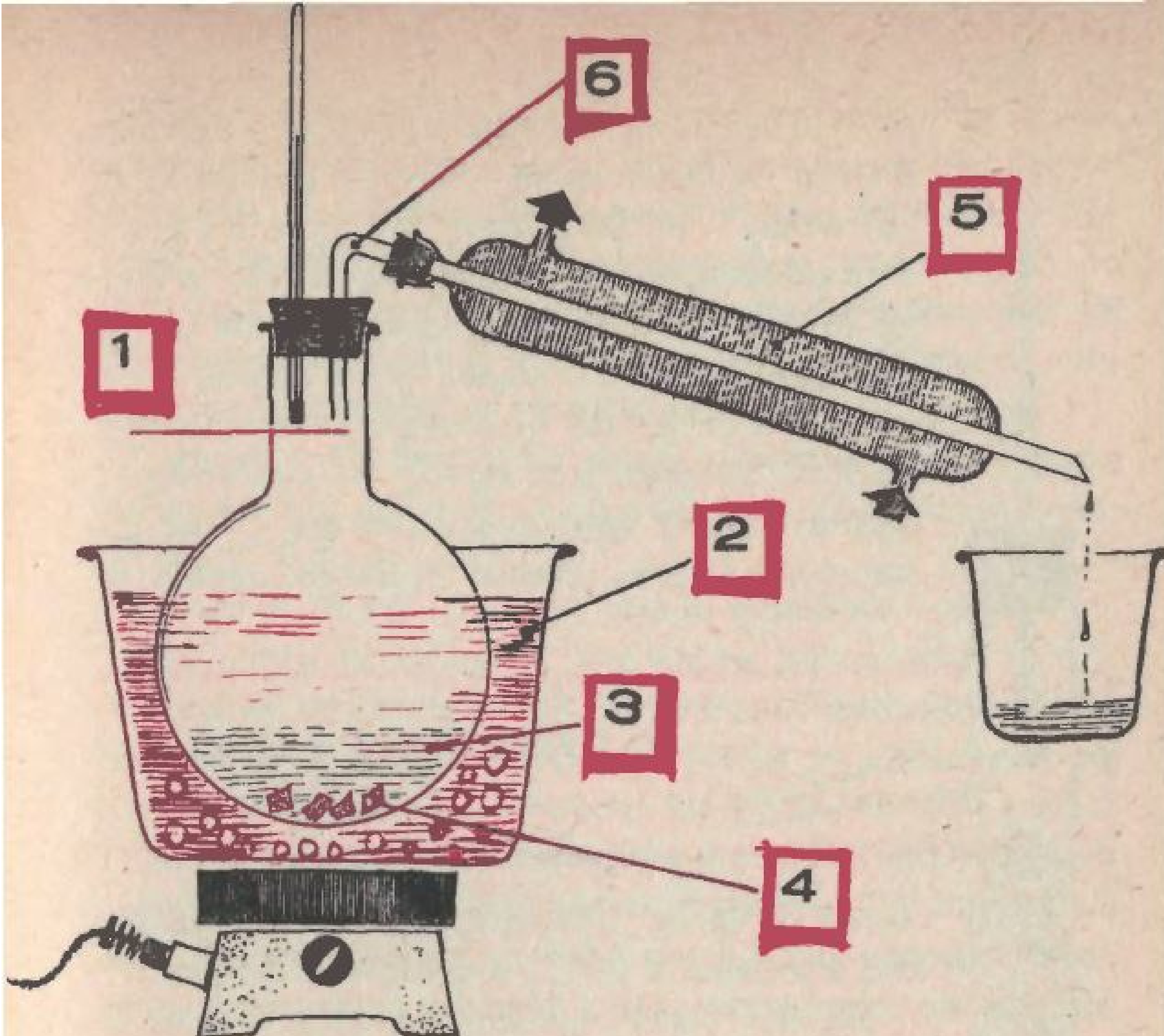
Do czego służy deflegmator?

Nim odpowiesz na to pytanie, musisz wykonać pewne doświadczenie.

Do kolbki destylacyjnej o pojemności 250 cm^3 wlej 90 cm^3 wody i 10 cm^3 denaturatu. Zanim szyjkę kolbki zamkniesz korkiem, do jej wnętrza wrzuć 3—4 małe kawałeczki porowatego fajansu lub porcelitu. Zadaniem tych porowatych ciał jest zapewnienie łagodnego wrzenia i niedopuszczanie do przegrzania się cieczy. Pamiętaj koniecznie, że przegrzanie się destylowanej cieczy jest podwójnie szkodliwe. — Po pierwsze zacierą się różnica temperatur wrzenia, na której opierasz rozdzielanie cieczy, a po drugie, przegrzanie grozi kipieniem, to jest przerzuceniem cieczy z kolby wprost do chłodnicy, a często wręcz pożarem.

Kolbkę z mieszaniną wodno-denaturatową wstaw do łaźni wodnej, połącz z chłodnicą wodną i rozpoczynaj ogrzewanie.

Spodziewasz się, słusznie, że rozdzielenie wody i dena-



1 POZIOM TERMOMETRU

2 ŁAŹNIA WODNA

3 WODA Z DENATURATEM

4 KAWAŁKI FAJANSU

5 CHŁODNICA WODNA

6 RURKA SZKLANA ZGIĘTA POD KĄTEM OSTRYM

turatu będzie sprawą bardzo łatwą. Przecież alkohol etylowy wrze w temperaturze 78°C, zaś woda — w 100 C, czyli początkowo powinien oddestylować sam alkohol. Jednak w miarę ogrzewania cieczy, temperatura nie ustala się wcale na 78 C. Słupek rtęci powoli dalej pełznie w górę. Gdy termometr w końcu wskaże 95 C, destylację przerwij. W odbieralniku zamiast 10 cm³ denaturatu zebrało Ci się ponad 40 cm³ cieczy. Pomiar stężenia, gdybyś go

DEFLEGMATOR

teraz wykonał, wykazałby, iż masz do czynienia z zaledwie 20% roztworem alkoholu.

Gdybyś teraz zebrany destylat przelał do kolbki i powtórzył destylację, stężenie denaturatu w odbieralniku wzrosłoby znowu o parę procent. Inaczej mówiąc, po kilkunastokrotnym powtórzeniu destylacji można wreszcie z roztworu 10% dojść do roztworu 90%. — Komu jednak chciałoby się powtarzać 10—15 razy proces destylacji? — pytasz. — Jaka to jest strata czasu. Czy nie można by tego jakoś przyspieszyć?

Owszem, można, i to w sposób stosunkowo prosty.

Zwężoną u dołu rurkę z bocznym odprowadzeniem (taką jak na rysunku obok) napełnij centymetrowej długości kawałeczkami rurek szklanych o średnicy 15—18 mm. Tak napełnioną kolumnę, zwaną fachowo właśnie deflegmatorem, osadź w korku kolbki destylacyjnej, zaś w szyjce deflegmatora osadź korek z termometrem.

Jednorazowa destylacja przeprowadzona przy użyciu deflegmatora pozwoli Ci na podniesienie stężenia denaturatu z 10 do ok. 30%.

Dlaczego tak się dzieje? — chcesz wiedzieć.

Otóż pary uchodzące z kolbki, na powierzchni odcinków rurek wypełniających kolumnę, ulegają skropleniu. Kondensat ten, czyli ciecz, spływając w dół. styka się z gorącymi parami płynącymi ku górze. Dzięki bardzo dużej powietrzchni kawałeczków rurek powierzchnia reakcji par z cieczą jest również znaczna. W zetknięciu się z cieczą, mniej lotne części par z kolby ulegają skropleniu, przy czym oddając ciepło skraplania, zamieniają w pary bardziej lotne składniki cieczy spływającej w dół.

W wyniku takiego „przeciskania" się par przez warstewki cieczy, składniki, najbardziej lotne uchodzą ku górze, zaś najcięższe spływają do kolby. A więc masz zwielokrotnienie destylacji, czyli coś w rodzaju równoczesnego odparowywania i skraplania na całej wewnętrznej powierzchni wypełnienia deflegmatora.

Korzyści płynące z destylacji przy zastosowaniu deflegmatora są już chyba teraz jasne?

Czyste czy brudne? — przedgon i pogon

Jak już kilka razy mówiliśmy, temperatura wrzenia, a zwłaszcza temperatura wrzenia związków organicznych, jest doskonałą legitymacją ich stopnia czystości.

Dlatego też wykonując jakąś syntezę, podczas destylacji otrzymanego produktu, pieczesz niejako dwie pieczenie przy jednym ogniu. Mianowicie, oczyszczasz produkt zasadniczy, a dalej kontrolujesz jego czystość.

Dla przykładu omówimy syntezę aniliny, opisaną w *Elementarzu chemii organicznej*.

Masz już gotowy produkt, czyli surową anilinę i chcesz ją oczyścić. Jasne, że wykonasz do tego celu proces destylacji. Ponieważ temperatura wrzenia czystej aniliny wynosi 184,5°C, kolbę ogrzewać będziesz na łaźni olejowej, chłodnicę użyjesz powietrzną.

Po ogrzaniu zawartości kolbki już do ok. 175°C zauważysz, że na zbiorniczku rtęci termometra, jak i na ściankach szyjki kolby poczną się skraplać pierwsze krople. Po paru minutach pary dojdą do chłodnicy i z jej wylotu zaczną kapać bezbarwne krople cieczy.

Obserwując bacznie termometr stwierdzisz, że przez pierwsze parę minut temperatura powoli rośnie, po czym jednak ustala się w okolicy 183—184°C.

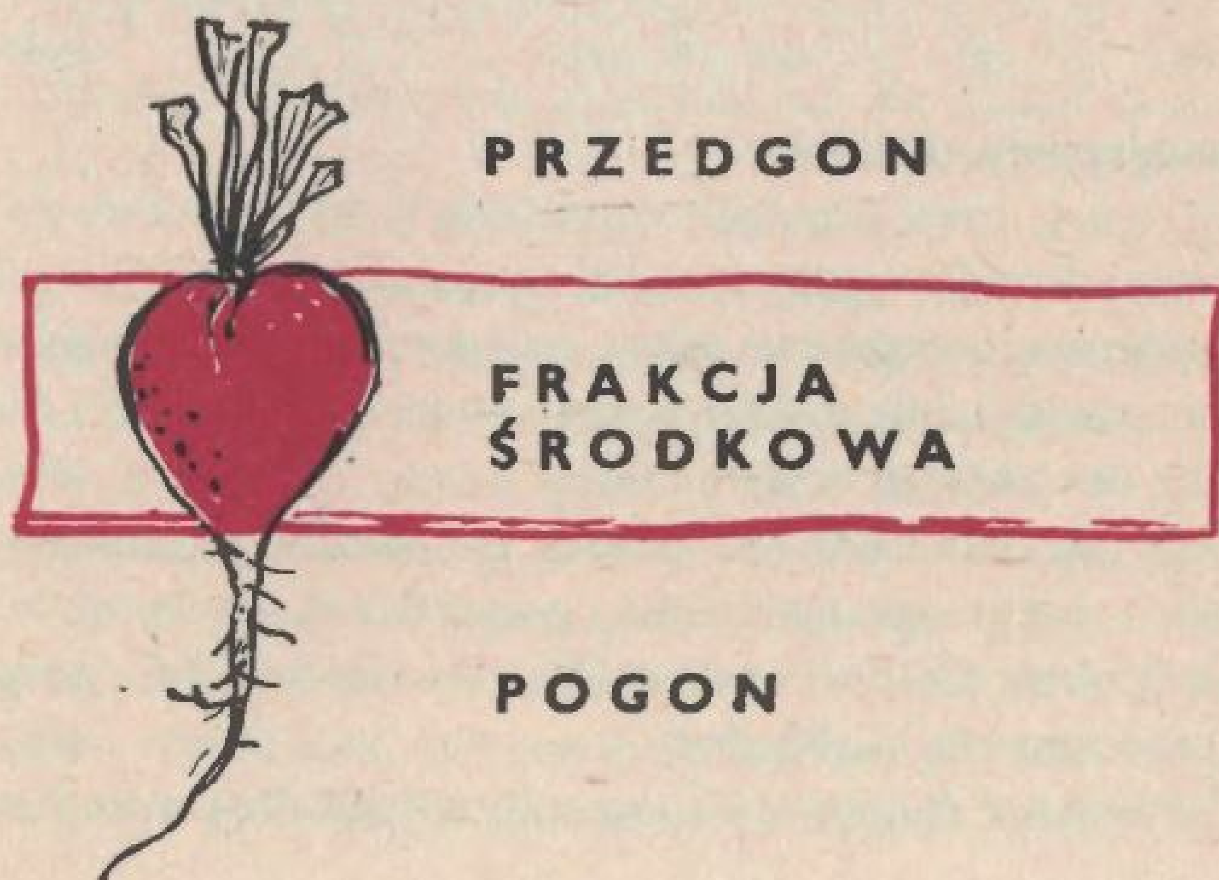
Frakcję aniliny, która przedestylowała w temperaturze poniżej 182°C nazywamy **przedgonem** i odrzucamy ją, bo zawiera wiele zanieczyszczeń.

W miarę uchodzenia z parami lotnymi zanieczyszczeń, zaczyna destylować już czysta anilina. Teraz temperatura ustala się na dłuższy czas w okolicy 183—184°C.

Ale **uwaga: destylacja, to nie łapanie pcheł, a wiec wszelki pośpiech jest tu całkowicie wzbroniony. Z wylotu chłodnicy powinny kapać pojedyncze krople w tempie mniej więcej jedna na sekundę, a nie jedna gonić drugą.**

Teraz właśnie, gdy temperatura ustaliła się w okolicy 183—184°C, zmieniasz odbieralnik, aby zbierać tzw. **frakcję główną.**

Gdy już w kolbie pocznie świecić przysłowiowe dno, temperatura par opuszczających chłodnicę podniesie się i przekroczy nominalną temperaturę wrzenia aniliny, czyli 184,5°C. Teraz znowu zmieniasz odbieralnik, do którego kapać będą krople tzw. **pogonu.** Pogon w Twoim przypadku stanowi anilina silnie zanieczyszczona produktami smolistymi oraz innymi produktami o wyższej od niej temperaturze wrzenia.



Reasumując — podczas destylacji odrzucasz przedgon i pogon, a zbierasz frakcję środkową o ustalonej temperaturze wrzenia.

Podobnie, jak dyplom wyższej uczelni jest jakimś miernikiem posiadanych wiadomości, tak temperatura wrzenia związków stanowi wizytówkę ich stopnia czystości. Im związek jest czyściejszy, tym wyższa jest jego temperatura wrzenia. Aby uniknąć niepotrzebnych nieporozumień dodaję, że chodzi tu o możliwie największe zbliżenie się do nominalnej temperatury wrzenia danego związku.

Powracając do przykładu Twojej aniliny, w tablicach fizykochemicznych znajdziesz właśnie, iż związek ten, gdy jest zupełnie czysty pod normalnym ciśnieniem atmosferycznym, wrze w temperaturze 184,5°C. Skoro więc po przedestylowaniu otrzymasz frakcję główną o temperaturze wrzenia bliskiej 184°C, możesz być dumny, bo produkt Twojej syntezy jest naprawdę czysty.

Zmniejszamy ciśnienie

Prosty i nadzwyczaj skuteczny sposób rozdzielania i oczyszczania związków przez ich zwykłą destylację niestety zawodzi, gdy mamy do czynienia ze związkami o wysokiej temperaturze wrzenia.

Dotyczy to przede wszystkim związków organicznych. Wiele z nich, ogrzanych do temperatury wrzenia, która niejednokrotnie przekracza 150 a nawet i 200°C, po prostu zaczyna się rozkładać.

Zmniejszyć ciśnienie! Taką odpowiedź daje nam fizyka

na pytanie, jak przedestylować związek o wysokiej temperaturze wrzenia.

Wiesz, że temperatura wrzenia ciał zależy przede wszystkim od aktualnego ciśnienia. Im ciśnienie niższe, tym niższa też będzie i temperatura wrzenia.

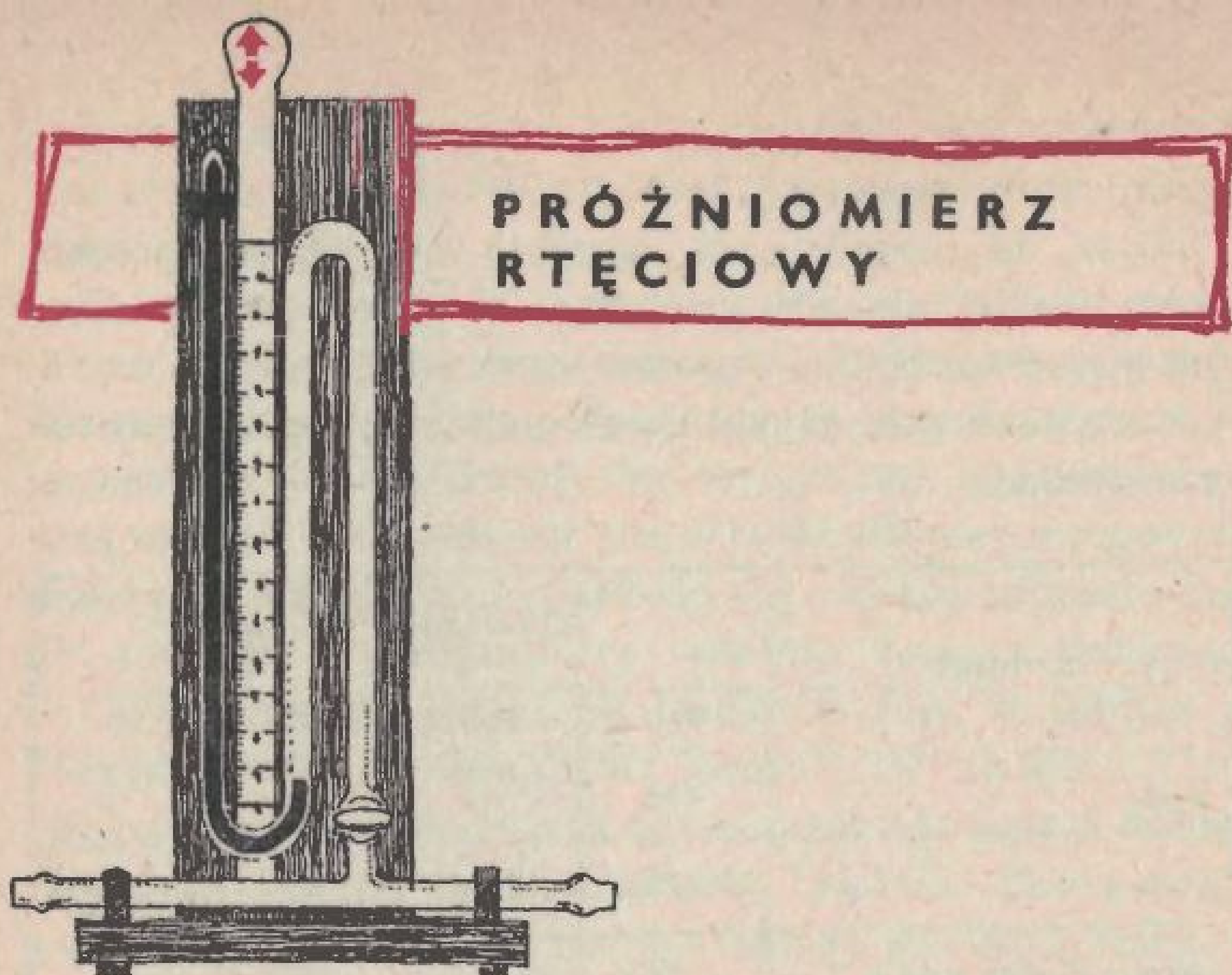
A oto konkretne przykłady zmniejszania się temperatury wrzenia:

Związek	Ciśnienie w mm Hg			
	760	500	100	10
woda	100	85	47	5
etanol	78,4	ok. 50	25	– 10
czterochlorek węgla	78,7	ok. 60	25	– 20
nitrobenzen	210,9	ok. 170	150	85
anilina	185	165	120	65

Jak widzisz, zysk z obniżenia ciśnienia jest bardzo duży.

Ogólnie można przyjąć, że obniżając ciśnienie od 760 mm Hg do ciśnienia rzędu 10—20 mm Hg, to jest takiego, jakie daje przeciętna wodna pompka próżniowa, uzyskujemy obniżenie temperatury o ok. 100°C.

Niewykorzystanie tak doniosłego dla nas faktu byłoby wprost karygodne. Znany polski uczony, Moszew, profesor Uniwersytetu Jagiellońskiego, wychowawca paru pokoleń chemików, tak mawiał: „Każdy chemik-organik musi jak najszybciej opanować metodę destylacji próż-



PRÓŻNIOMIERZ RTĘCIOWY

niowej i od początku przyzwyczaić się do tego, że destylacja taka nie jest „czymś od święta", lecz stanowi elementarną metodę laboratoryjną, którą trzeba stosować na co dzień".

W skromnie wyposażonym laboratorium do wytworzenia próżni stosowane są znane Ci już z poprzedniego rozdziału pompki wodne. Urządzeniem bardzo pomocniczym, ale ostatecznie niecałkowicie koniecznym, jest próżnomierz rtęciowy, pokazany na rysunku obok.

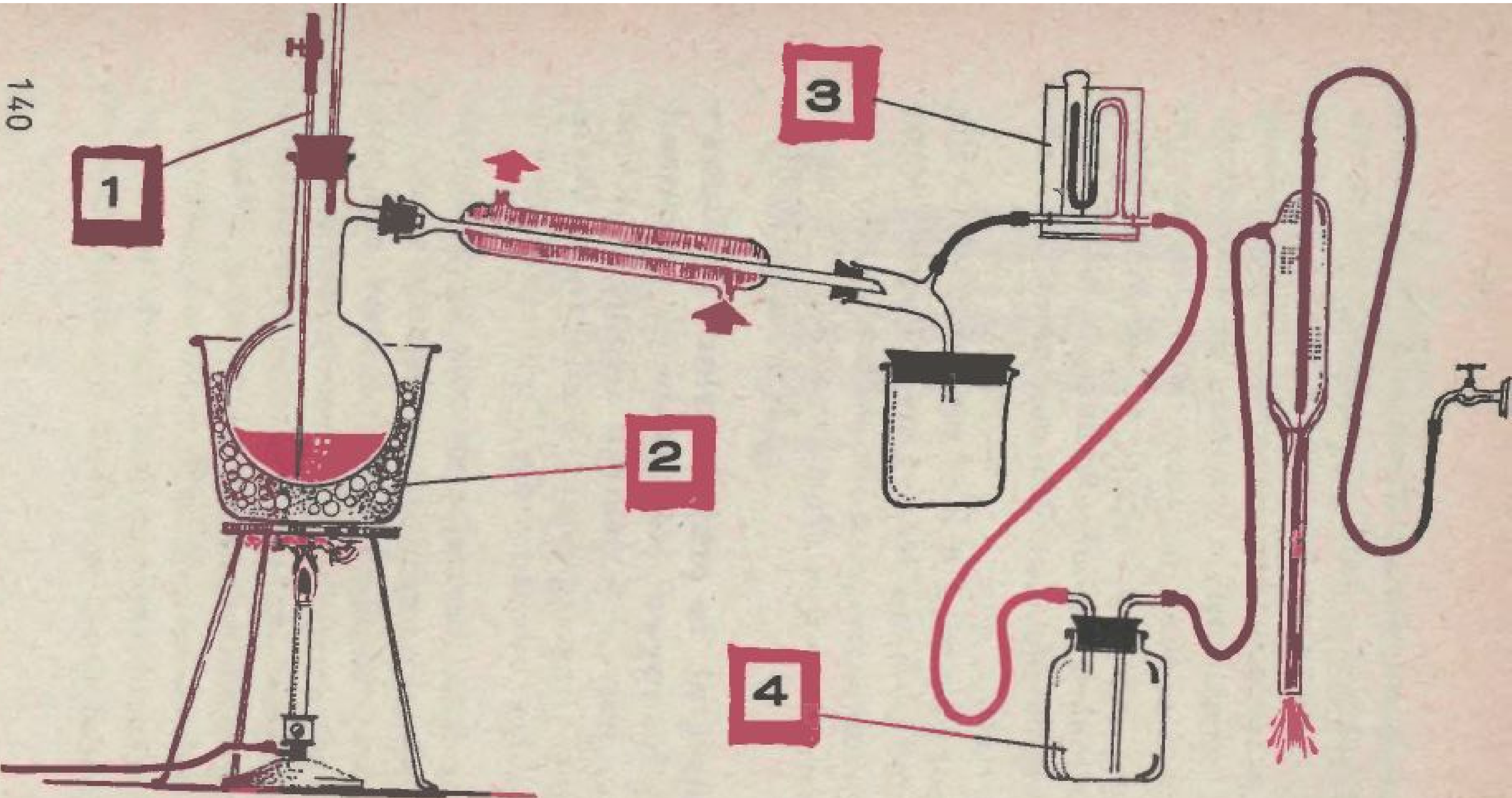
Jak widzisz, składa się on z drewnianej podstawki, ruchomej skali oraz zatopionej z jednego końca kapilary wygiętej w kształt litery U i przytopionej do poziomej rurki szklanej z kurkiem przelotowym.

Próżnomierz taki włączasz w obwód, a więc ustawiasz go np. pomiędzy kolbką destylacyjną a naczyniem zabezpieczającym. Gdy chcesz zmierzyć aktualne ciśnienie w aparaturze, przekręcasz kurek na rurce próżnomierza i wówczas rtęć w zamkniętym ramieniu kapilary opada. Za pomocą ruchomej skali, na której naklejony jest papier milimetrowy, odczytaj różnicę poziomów słupków rtęci w obu ramionach kapilary. Różnica ta, mierzona w milimetrach, odpowiada ciśnieniu mierzonemu w milimetrach słupa rtęci.

Do destylacji próżniowej musisz stosować tzw. kolbę Claisena z dwoma szyjkami. Jedna z szyjek (boczna w stosunku do kolby), zamykana jest korkiem, przez który przechodzi termometr, a w szyjce drugiej osadzony jest korek z kapilarką.

Uwaga: pamiętaj, że przy destylacji próżniowej nie wolno Ci dokonywać jakichkolwiek „racjonalizacji". Między innymi kapilarka sięgająca niemal dna kolby jest bezwzględnie konieczna. Wylot kapilarki musi być bardzo mały, czyli rzędu 0,05 mm.

Przez wylot kapilarki do kolby dostają się pęcherzyki powietrza, które mieszając ciecz, nie dopuszczają do jej przegrzewania się. Kapilarka podczas destylacji próżniowej spełnia więc zadanie porowatych kawałeczków porcelany czy fajansu, które się dodaje przy destylacji zwykłej. Ponieważ może się zdarzyć, że trudno Ci będzie uzyskać odpowiednio małą średnicę wylotu kapilary, podam Ci pewien sposób praktyczny. Otóż na zewnętrzny wylot rurki kończącej się w kolbie kapilarą, naciągasz



1 KOPILARKA

2 ŁAŹNIA WODNA

3 PRÓŻNIOMIERZ

4 NACZYNIE ZABEZPIECZAJĄCE

1

2

ZESTAW „ŻABKA”

3

1 CHŁODNICA WODNA

2 DO POMPY WODNEJ

3 ODBIERALNIKI

 UWAGA NA SZCZELNOŚĆ POŁĄCZEŃ

kawałeczek węża gumowego, a na nim zakładasz ściskacz śrubowy. Gdy już zmontujesz całą aparaturę, ściskacz ustawiasz tak, aby z wylotu kapilarki uchodził powolny strumyczek maleńkich pęcherzyków powietrza.

Najprostszy zestaw do destylacji próżniowej, składający się z kolby, chłodnicy, odbieralnika, próżnomierza, naczynia zabezpieczającego oraz pompki wodnej, widzisz na rysunku obok.

Po obejrzeniu rysunku coś Ci się nie podoba. Acha, już rozumiem, chodzi Ci o sprawę przedgonu, frankcji głównej i pogonu.

No cóż, zaznaczyłem wyraźnie, że jest to zestaw najprostszy, a więc tym samym niezbyt „funkcjonalny''.

W zestawach stosowanych w laboratoriach istnieje wiele układów i urządzeń umożliwiających zmiany odbieralników podczas destylacji próżniowej. Jednym z nich jest pokazana na rysunku tzw. **żabka.** Każdy z trzech wylotów żabki może być połączony z innym odbieralnikiem. Wsuwając lub odpowiednio wysuwając w korek wylot chłodnicy, możesz łatwo skierować spływającą z wylotu ciecz do żądanego kanału żabki.

I jeszcze raz do znudzenia przypominam, że niezbędną szczelność aparatury uzyskasz tylko wtedy, gdy zastosujesz dobre miękkie korki gumowe oraz, gdy przechodzące przez nie rurki osadzone zostaną w otworach prostych, równych, wywierconych prawidłowo.

Z pomocą pary wodnej

Drugim rodzajem destylacji umożliwiającej wydzielanie bądź oczyszczanie związków ulegających rozkładowi przy ogrzewaniu ich w zwykłych warunkach do temperatury wrzenia, jest destylacja z parą wodną.

Ale destylacja z parą wodną daje tylko wówczas dobre wyniki, gdy:

— oczyszczany czy wydzielany związek nie miesza się z wodą;

— oczyszczany czy wydzielany związek w temp. 100°C wykazuje dosyć znaczną prężność par.

Jeżeli warunki te są spełnione, to strumień pary wodnej wprowadzony do mieszaniny danego związku i wody, powoduje przemianę związku w stan gazowy i jego przetransportowanie do chłodnicy.

Dlaczego — zadajesz pytanie — *związek wrzący w temperaturze, powiedzmy, pomiędzy 150 a 200°C, zmieszany z parą wodną, wrze już w okolicy 100°C?*

Otóż takie sformułowanie pytania jest błędne, pomimo że dotyczy oczywistego faktu.

Ani para wodna, ani żadne inne ciało, nie są w stanie zmienić temperatury wrzenia związków chemicznych. Temperatura wrzenia zależy jedynie od ciśnienia.

To, że woda w normalnych warunkach wrze w temperaturze 100°C nie oznacza jednak wcale, iż w temperaturze pokojowej nie paruje. Paruje, i to jak!

Podobnie — i wysokowrzące związki organiczne też parują w temperaturach poniżej 100°C. Podkreślam wyraźnie „parują", lecz nie wrzą.

Skoro więc jakiś związek paruje, to nad jego roztworem panuje określona prężność par — P.

Gdy z kolei masz w naczyniu dwie nie mieszające się ze sobą ciecze, to wówczas prężność pary nasyconej równa się sumie prężności cząstkowych obu cieczy, czyli $P = P_1 + P_2$.

Mieszanina taka osiąga temperaturę wrzenia, gdy suma prężności par nasyconych składników, a więc $P_1 + P_2$ zrównoważy już aktualne ciśnienie atmosferyczne.

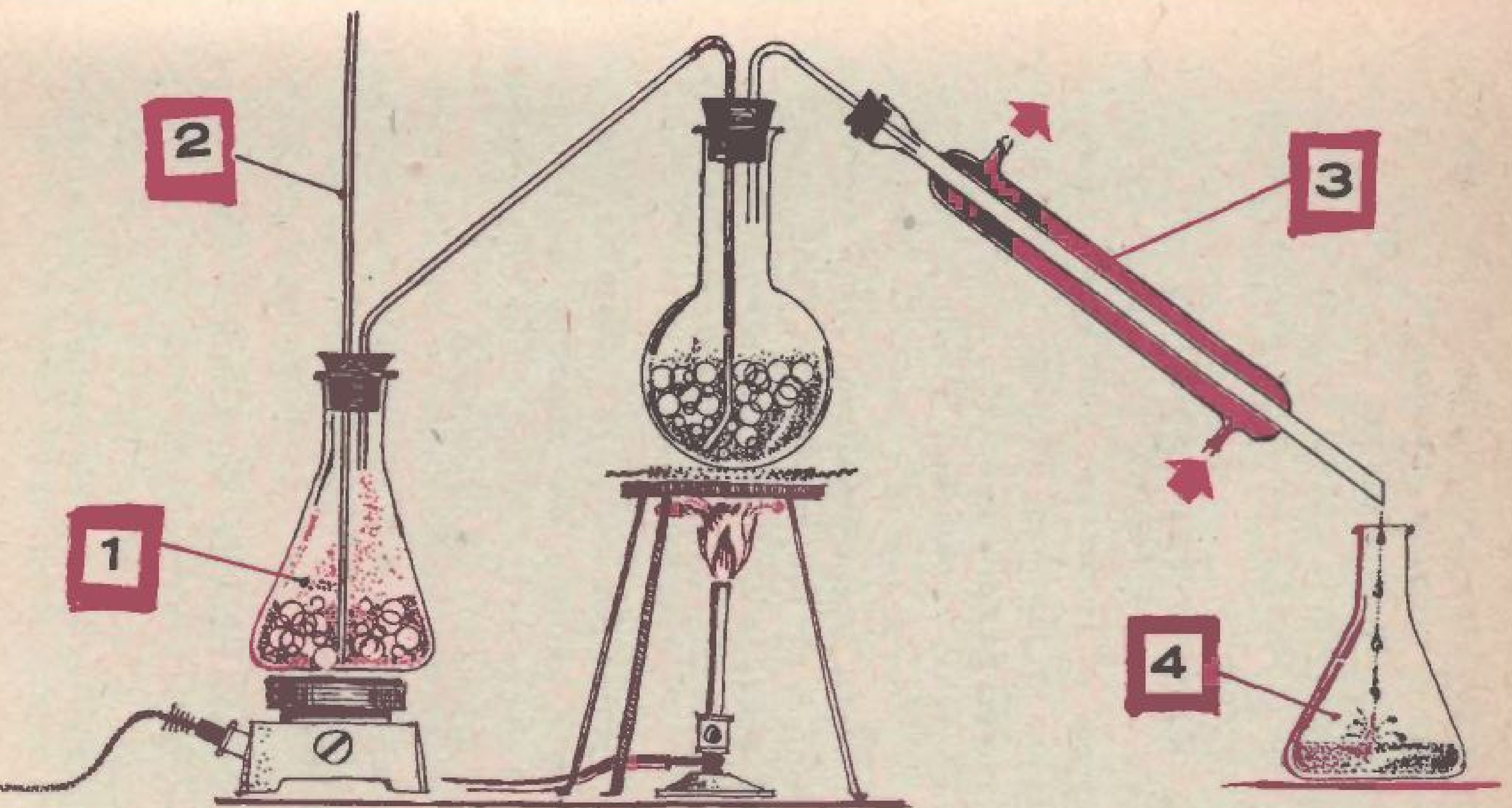
Rozpatrzmy to na konkretnym przykładzie związku organicznego bromobenzenu.

W zwykłych warunkach wrze on w temperaturze 155°C. Jego prężność par w temp. 90—100°C jest już dosyć znaczna, bo wynosi 100—120 mm Hg. Dodając do tego prężność pary wodnej w tym zakresie temperatur, uzyskujemy wypadkową (sumę) przekraczającą już ciśnienie atmosferyczne. Oto w temperaturze 95,5°C prężność pary wodnej równa się 643 mm Hg plus prężność par bromobenzenu 120 mm Hg przekroczy już ciśnienie atmosferyczne, czyli 760 mm Hg i zaczyna destylować mieszanina wody i bromobenzenu.

W zależności od ciężaru cząsteczkowego destylowanego związku, jak też i od jego prężności par w zakresie 80—100°C, uchodząca do chłodnicy mieszanina par będzie zawierała mniej lub więcej wody.

Przykładowo — na 1 g; bromobenzenu potrzeba 0,64 g wody, dla aniliny i nitrobenzenu — 4 g, zaś dla benzenu — 0,1 g wody.

Prosty laboratoryjny zestaw do destylacji z parą wodną widzisz na rysunku obok.



1 WYTWORNICA PARY

2 „ZAWÓR BEZPIECZEŃSTWA"

3 CHŁODNICA

4 ODBIERALNIK

Składa się on z dwu trójnogów z palnikami, naczynia do wytwarzania pary wodnej, zasadniczej kolby destylacyjnej, chłodnicy, no i odbieralnika. Oczywiście trójnogi i palniki gazowe zastąpić możesz krytymi kuchenkami elektrycznymi, ale powstają wówczas pewne trudności z regulacją temperatury.

Dlatego też radzę naczynie-wytwornicę pary ogrzewać ewentualnie na elektrycznej kuchence, zaś samą kolbę destylacyjną — stanowczo palnikiem gazowym. Bardzo istotnym szczegółem, którego Ci **nie wolno pominąć,** jest **rurka bezpieczeństwa,** umocowana pionowo w korku naczynia wytwornicy. Powinna ona sięgać dna naczynia i wystawać ponad korek 40—45 cm. Spełnia ona rolę zaworu bezpieczeństwa. Jeżeli w skutek zatkania się chłodnicy czy innych przyczyn, ciśnienie wzrośnie, z naczynia poczyna uchodzić tą rurką woda. Tym samym odpada niebezpieczeństwo rozsadzania kolby czy naczynia.

Sama kolba destylacyjna musi być ustawiona tak, jak widzisz na rysunku, ukośnie, aby zapobiec ewentualnemu przerzuceniu cieczy do chłodnicy. Kolby tej nie wolno napełniać więcej niż do 1/3 jej pojemności.

Zaczynamy od terpentyny

Czas już najwyższy zdobyte wiadomości teoretyczne wykorzystać do celów praktycznych. Proponuję Ci otrzymanie terpentyny, a surowcem Twoim będzie żywica drzew iglastych. Jest to, na pewno znane Ci żółtobrunat-

ne ciało stałe, gromadzące się na pniach sosen i świerków w miejscach nacięć i uszkodzeń kory.

20—30 g żywicy wsyp do kolby destylacyjnej, wlej 100 cm^3 wody i zmontuj aparaturę. Jeżeli nie możesz zdobyć żywicy drzew iglastych, postaraj się o smolne drzazgi tych drzew (ok. 50 g). Drobne połamane drzazgi umieść w kolbie. Ostatecznością będzie wlanie do kolby 20—30 cm^3 surowej, ciemnobrunatnej technicznej terpentyny.

Po zmontowaniu aparatury trzeba rozpocząć równoczesne ogrzewanie obu naczyń, to znaczy kolby i wytwornicy pary. Gdy zacznie się już wrzenie wody w wytwornicy pary, musisz tak uregulować wrzenie, aby do kolby dopływał regularny, lecz spokojny i powolny strumień pary. Z kolei ogrzewanie kolby destylacyjnej trzeba tak uregulować, aby z chłodnicy do odbieralnika kapała 1 kropla na sekundę.

Na pewno z łatwością zauważysz, że w chłodnicy zacznie się kondensować i spływać do odbieralnika jakaś mętna ciecz. Stanowi ją mieszanina wody i terpentyny.

Destylację prowadzisz tak długo, aż otrzymasz zupełnie klarowny destylat. Będzie to syngałem do zakończenia pracy. Zebraną w odbieralniku mieszaninę wlej do rozdzielacza i po całkowitym rozwarstwieniu się cieczy spuść dolną wodną warstwę, zaś czyściutką, jasną terpentynę przelej do buteleczki.

Techniczna surowa terpentyna jest cieczą brunatną o ostrym zapachu. Natomiast Twoja, otrzymana przez destylację z parą wodną, będzie jasna i o miłym balsamicznym zapachu. Temperatura wrzenia terpentyny wynosi w zależności od jej pochodzenia, 155 do 170°C.

A co pozostało w kolbie destylacyjnej — pytasz — skoro surowcem była żywica?

— Po prostu kalafonia.

Inne propozycje

Wykorzystując posiadaną aparaturę do destylacji z parą wodną, możesz nie tylko otrzymać terpentynę oraz oczyścić bez obawy rozkładu anilinę, nitrobenzen czy bromobenzen, ale jesteś w stanie wydzielić wiele naturalnych olejków zapachowych.

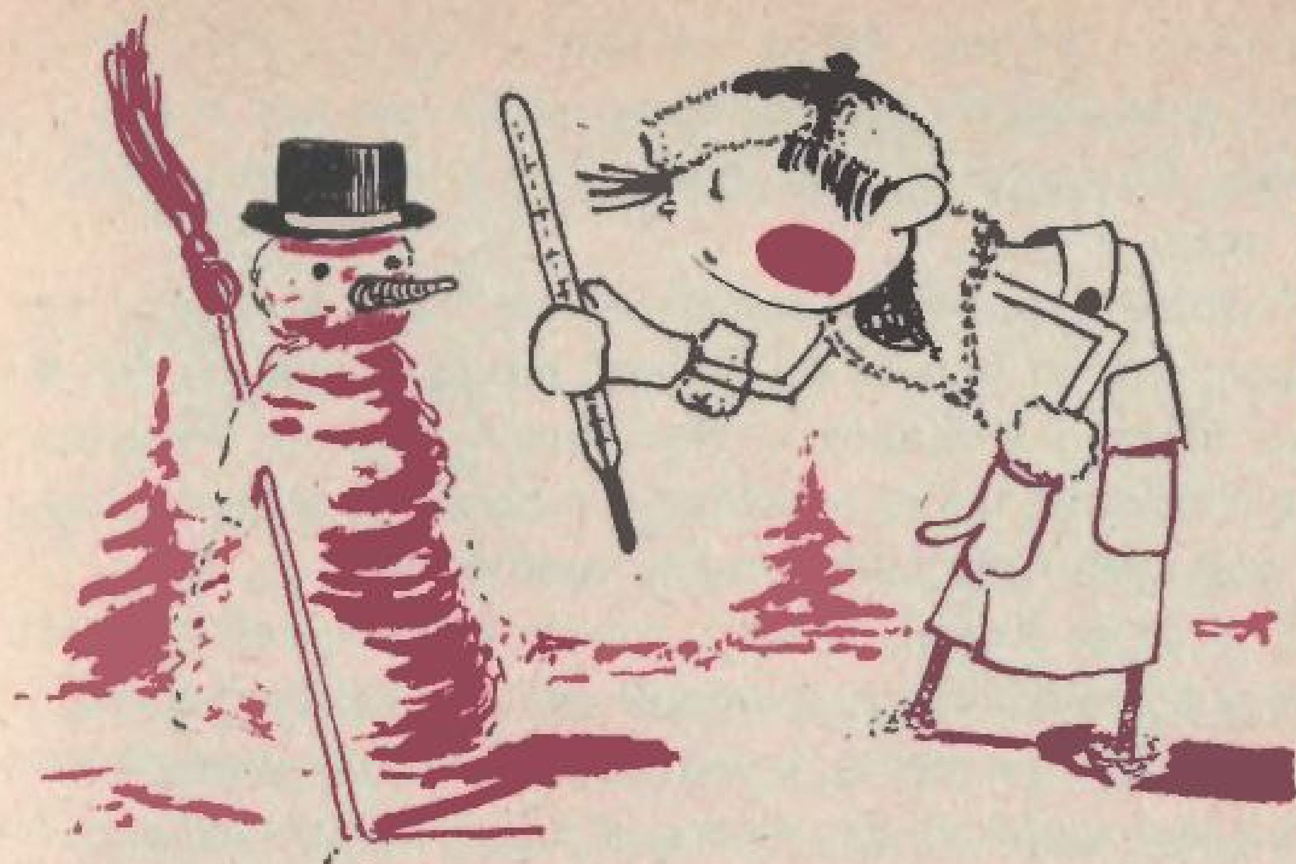
A więc możesz np. otrzymać próbkę olejku kminkowego. W tym celu możliwie świeży kminek pognieć w moździerzu i umieść w kolbie destylacyjnej.

W wyniku destylacji z parą wodną zbierze się parę kropelek gęstej oleistej cieczy o bardzo miłym, charakterystycznym zapachu. Podobnie za pomocą pary wodnej możesz wydestylować olejek z liści mięty bądź świeżych pędów sosny czy różnych kwiatów.

Olejek otrzymany ze świeżych pędów sosnowych ma miły balsamiczny zapach i można go używać do kąpieli rozprowadzając w wodzie.

Nieograniczone zaś możliwości kryje w sobie destylacja z parą wodną pachnących kwiatów. Wymienię więc tylko najprostsze — bez, jaśmin, czeremcha, konwalia, fiołki, macierzanka.

A więc życzę Ci ciekawych kompozycji zapachowych.



4 JAK WYZNACZAĆ TEMPERATURY CHARAKTERYSTYCZNE?

Pojęcie temperatur charakterystycznych jest dla Ciebie nowe, zaczniemy więc od jego wyjaśnienia.

W szczegółowym opisie osobnika rodzaju ludzkiego można np. przeczytać: płeć męska, wzrost 175 cm, włosy blond, twarz pociągła, nos orli, uszy małe płaskie, oczy piwne, głęboko osadzone itd.

Suma tych cech pozwala niejednokrotnie na odtworzenie konkretnej postaci. Spośród licznych cech, którymi posługujemy się przy opisywaniu, bądź identyfikowaniu ludzi, niektóre są zmienne, przejściowe, inne zaś trwałe charakterystyczne tylko dla danego osobnika. Wiadomo przecież, że np. zarostowi nadać można dowolną długość,

a nawet i barwę, tusza i ciężar ulegają z biegiem lat sporym zmianom. Nie jesteśmy natomiast zdolni zmienić układu linii papilarnych palców, jak też wzrostu czy barwy oczu.

Podobnie sprawa przedstawia się i ze związkami chemicznymi. Ich barwa czy postać mogą ulegać nawet daleko idącym wahaniom. Np. surowy cukier buraczany jest brunatną, lepką substancją niczym nie przypominającą pięknych kryształów cukru lodowatego.

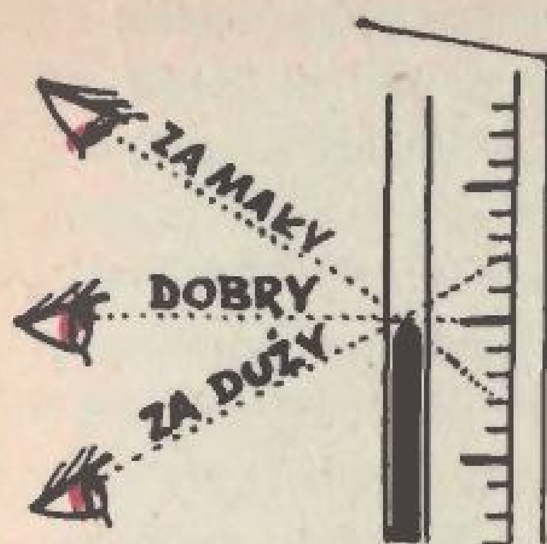
Z drugiej jednak strony, zupełnie czysty alkohol etylowy, niezależnie czy powstał w wyniku bezpośredniej syntezy, czy fermentacji owoców południowoamerykańskich, europejskich czy wreszcie azjatyckich, odznacza się zawsze tym samym ciężarem właściwym oraz tą samą temperaturą wrzenia i topnienia.

Umiejętność oznaczania tych właśnie cech, dla każdego związku niezmiennych i charakterystycznych, jest dla chemika ogromnie ważna.

Skoro padły już słowa „temperatura wrzenia i topnienia", kojarzą się one natychmiast z termometrem, no a termometr łączy się zaraz ze szkodliwym zjawiskiem paralaksy.

Paralaksa

Z czym to się je? — pytasz, zgodnie z panującą modą.
— Paralaksa, mój drogi, to jest zjawisko powodujące trudności przy odczytywaniu wskazań termometru.
— Też mi problem — uśmiechasz się pogardliwie. Cóż



PARALAKSA

może być prostszego, jak odczytanie wskazań termometru? Czynność tę potrafi wykonać chyba każdy.

Pozornie masz rację. Oczywiście, potrafi to zrobić każdy, ale jeżeli zapytam przy tym — z jaką dokładnością — to okaże się, że przestaje to już być sprawa tak szalenie prosta.

A oto przykład. — Patrząc na koniec słupka rtęci, czy też barwnej cieczy w termometrze, od dołu, dokonasz odczytu za dużego. Natomiast przeciwnie, patrząc na koniec tego samego słupka rtęci z góry, uzyskasz odczyt zaniżony. Łatwo to zrozumieć, gdy spojrzysz, tym razem już dowolnie, na rysunek obok. Widzisz, że prawidłowy odczyt wskazań termometru następuje tylko wtedy, gdy oko ustawione jest dokładnie na wysokości końca słupka rtęci lub cieczy.

Ba, ale jak to stwierdzić — pytasz — *że oko znajduje się właśnie na wysokości końca słupka?*

Och, nic prostszego. Szklana rurka termometru jest na tyle przezroczysta, iż dostrzegasz bez trudu poziomą krawędź końca słupka. Musi ona stanowić linię prostą,

a nigdy odcinek łuku (co ma miejsce przy patrzeniu od dołu), czy też elipsę (co dzieje się podczas patrzenia od góry). Przy odrobinie wprawy i z ewentualną pomocą lupy, możesz ustawić oko tak względem termometru, aby patrzeć dokładnie po stycznej do powierzchni słupka.

Właśnie błąd odczytu wywołany nieodpowiednim ustawieniem oka nazywamy błędem paralaksy. Oczywiście błąd spowodowany paralaksą występuje nie tylko przy odczytywaniu wskazań termometru. To samo zjawisko zachodzi, gdy odczytujesz wskazania wszelkich mierników. Aby błędu tego uniknąć, w dokładnych przyrządach wskazówkowych, np. woltomierzach czy amperomierzach, na skalach bezpośrednio pod wskazówką umieszczane jest zwierciadło. Zapewne widziałeś je nieraz, nie znając ich przeznaczenia.

Otóż odczyt wskazań tylko wówczas jest prawidłowy, gdy wskazówka pokrywa się, czyli nakłada, na swoje odbicie w zwierciadle.

Zastanawiasz się, czy z tym całym błędem paralaksy, te nie jest robienie z igieł wideł?

Stanowczo, nie.

Jeżeli wybierasz się na plażę czy na ślizgawkę, to jest Ci względnie obojętne, z jaką dokładnością dokonasz odczytu temperatury. Różnica pomiędzy 25 czy 28°C w cieniu lub —3 czy —5°C na ślizgawce jest tu mało istotna. Jednak gdy wkraczasz na grunt chemii, a zwłaszcza chemii analitycznej, już nie 1°C, lecz jego dziesiąte części często odgrywają bardzo istotną rolę. Dzieje się tak dlatego, że jedną z bardziej popularnych metod identyfikacji związków organicznych jest oznaczanie ich temperatur

charakterystycznych, to jest temperatur topnienia i wrzenia.

Każdy większy podręcznik chemii analitycznej zawiera tablice temperatur topnienia i wrzenia związków organicznych.

Posługując się takimi tablicami możesz w sposób bardzo szybki, bez konieczności dokonywania niesłychanie żmudnych analiz, dokonać identyfikacji związków organicznych.

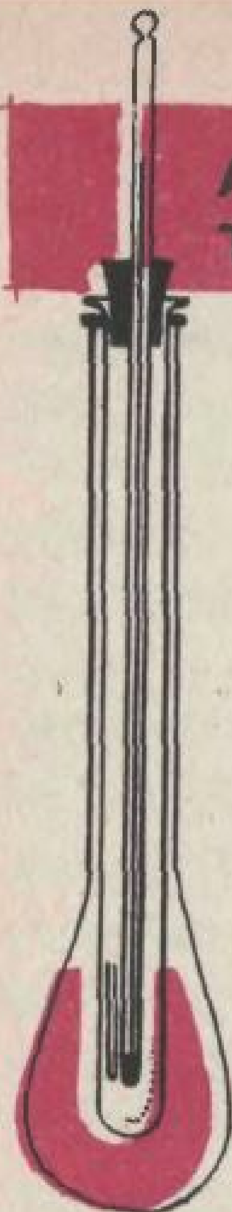
I tak np. temperatura topnienia **piżma ambretowego** (ważny surowiec perfumeryjny), związku o wzorze — $C_{12}H_{16}N_2O_5$, wynosi 85°C, zaś **fizjostygminy** — $C_{15}H_{21}O_2N_3$ — 85,8°C.

Jak widzisz, różnica temperatur topnienia jest niewielka, wynosi zaledwie 0,8°C, co jednak dla dobrego eksperymentatora jest już całkowicie wystarczające dla dokonania identyfikacji.

Jak i czym wyznaczać temperaturę topnienia?

Skoro wiesz już, jak uniknąć paralaksy przy odczytywaniu wskazań termometru oraz zdajesz sobie sprawę, czym błąd taki może grozić, spróbujmy w sposób fachowy dokonać pomiaru temperatury topnienia np. salicylanu fenylu lub fenolu, naftalenu, mocznika oraz sacharozy.

Na wstępie dosyć istotne wyjaśnienie. Podanych substancji nie wybrałem całkowicie przypadkowo. Z jednej strony chodziło mi o pokrycie całego obszaru temperatur od 40 do 180°C, z drugiej zaś strony również i o to,



APARATY DO WYZNACZANIA TEMPERATURY TOPNIENIA

aby wytypowane związki były możliwie dostępne do nabycia.

I tak salicylan fenylu, czyli popularny salol, jest do nabycia w każdej aptece. Dalej naftalen, to przecież nic innego jak popularna naftalina — środek przeciwko molom, zaś mocznik jest składnikiem nawozów sztucznych. Wreszcie sacharozą zwiemy buraczany cukier spożywczy.

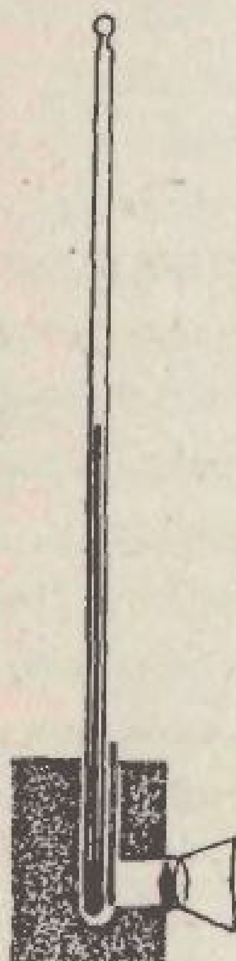
A oto temperatury topnienia związków proponowanych do badań:

salicylan fenylu	42°C,
fenol	42,5°C,
nitrobenzen	67°C,
naftalen	80,1°C,
mocznik	132,5°C,
sacharoza	180°C.

Teraz zachodzi pytanie, jak się zabrać do samej czynności mierzenia temperatury topnienia.

— Jedno jest pewne — rozumujesz — skoro w grę wchodzi pomiar temperatury, potrzebny będzie termometr.

Tak, ale to jeszcze za mało. Musisz mianowicie zmontować prosty przyrządzik, który



umożliwi Ci powolne i bardzo równomierne ogrzewanie, jak również musisz wyciągnąć parę maleńkich kapilarek.

Zacznę od sprawy trudniejszej, a więc od samego aparatu do wyznaczania temperatury topnienia. Aparacik taki widzisz na rysunku obok.

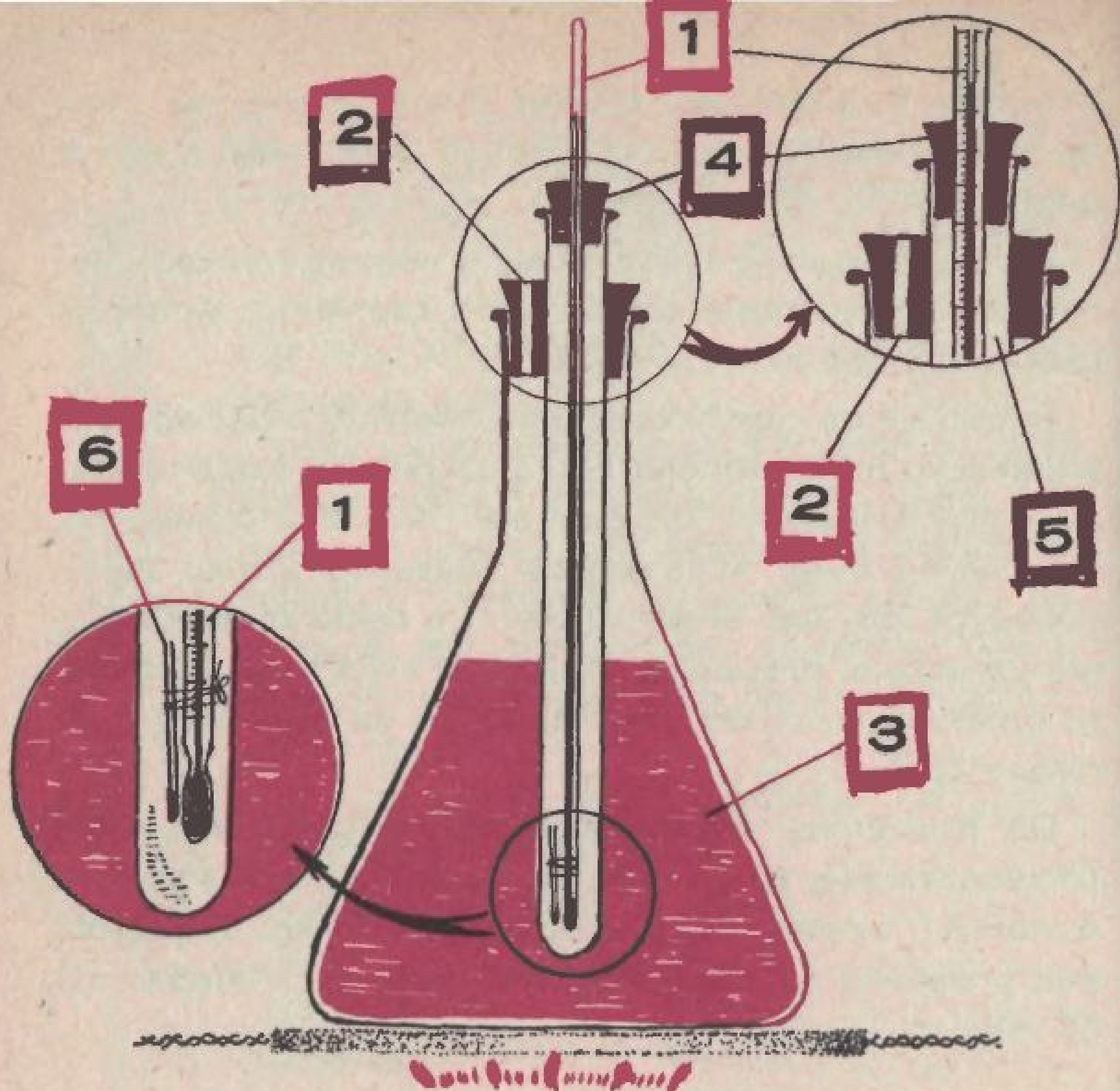
Składa się on z gruszkowatego naczynia o podwójnych ściankach, zakończonego długą szyjką. W części dolnej pomiędzy ściankami znajduje się ciecz termostatyczna. Ponieważ jedank współosiowe wlutowanie dwu rurek szklanych nie jest wcale proste, i o takie zdolności Cię nie posądzam, proponuję posłużenie się konstrukcją nieco prostszą, którą też przedstawiono na rysunku (patrz strona 156).

Do wysmukłej erlenmajerki wlej odpowiednią ciecz termostatyczną, po czym na korku azbestowym z dwoma otworami zawieś dużą szklaną probówkę. Odległość dna probówki od dna kolbki nie może być mniejsza niż 35 mm.

Uwaga: Korek azbestowy musi posiadać otwory, w przeciwnym razie wzrost ciśnienia wywołany ogrzewaniem doprowadzi do rozsadzenia naczynia.

A teraz parę słów o samej cieczy termostatycznej.

Do badań temperatury topnienia w zakresie 30—200°C stosujesz chemicznie czysty, stężony kwas siarkowy. Aby zapobiec brunatnieniu tego związku, dodajemy 0,5 g $NaNO_3$ lub KNO_3. Do prac w zakresie od 200 do 250°C



1 TERMOMETR

2 OTWÓR ODPOWIETRZAJĄCY

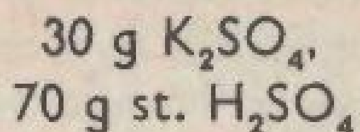
3 CIECZ TERMOSTATYCZNA

4 DWIE POŁOWY KORKA

5 PROBÓWKA

6 KAPILARKA

stosowana jest ciekła parafina, a od 250 do 300°C — mieszanina o składzie:



$$30\ g\ K_2SO_4,$$
$$70\ g\ st.\ H_2SO_4$$

Następną ważną oczekującą Cię czynnością jest przygotowanie kilkunastu kapilarek.

Bierzesz więc kawałek cienkościennej rurki szklanej o średnicy 7—10 mm i w płomieniu palnika gazowego ogrzewasz jej 3—4 cm odcinek. Rurkę przy tym stale powoli obracasz w palcach, aby w ten sposób zapewnić równomierne nagrzewanie całego odcinka. Gdy szkło stanie się już miękkie, wyjmij je z płomienia, po czym energicznie rozciągnij oba końce rurki.

Z uplastycznionego szkła rurki po wyciągnięciu powstanie długa, cienka kapilara. Jej średnica powinna wynosić 1,5—2 mm. Gdy kapilara już ostygnie, potnij ją na odcinki 40—50 mm. Jeden koniec każdego odcinka kapilary wprowadź do małego płomyka gazowego i szczelnie zatop.

Nabijanie w kapilarę

W języku potocznym wystawienie kogoś „na dudka" bądź do wiatru, czyli nabranie go, czy wręcz oszukanie, zwane jest nabiciem w butelkę. Skojarzenie takie może u Ciebie powstać, skoro dowiesz się, iż do tej tak przecież małej kapilarki o średnicy wlotu nie przekraczającej 1,5 mm, musisz teraz wsypać dokładnie przy tym ubijając, preparat przeznaczony do badania. To moje polece-

nie może Ci się wydać po prostu niewykonalne bez uciekania się o pomoc do krasnoludków. A ja zapewniam Cię, że czynność tę wykonasz sam i to z łatwością, gdy tylko poznasz właściwy sposób.

Na szkiełku zegarkowym umieść szczyptę bardzo dokładnie sproszkowanego preparatu, np. naftalenu. Zatopioną kapilarkę odwróć wylotem ku dołowi i kilkakrotnie wciskaj ją pionowo w warstewkę proszku. Następnie na kawałku drewna ustaw pionowo 30—60 cm rurkę szklaną o małej średnicy. Do rurki tej wpuszczaj, zatopionym końcem ku dołowi, naszą kapilarkę, dając jej swobodnie uderzyć o drewno. Po 3—4 takich operacjach, cały obecny w kapilarze proszek zgromadzi się mocno ubity na dnie kapilary.

Znanym już sposobem dokładasz następną porcję proszku do kapilary i ponownie ubijasz ją przez wpuszczanie kapilary do szklanej rury. Operacje takie wykonujesz tak długo, aż grubość warstwy substancji ubitej w kapilarze wyniesie 3—4 mm.







Gdy masz zamiar wyznaczyć temperaturę topnienia jakiegoś ciała, musisz od razu napełnić nim co najmniej 3 kapilarki. Pamiętaj o przysłowiu, że jedna jaskółka nie czyni wiosny. Przenosząc to na nasz język chemiczny — na podstawie wyniku jednego tylko oznaczenia nie wolno jest opierać żadnych poważnych wniosków, bo wynik jednego oznaczenia może być zupełnie przypadkowy.

Samo oznaczenie

Widzę, że masz już odpowiedni aparacik i kapilarkę, którą do pierwszego eksperymentu napełniłeś naftalenem. Jeżeli jest też przygotowany i termometr, możemy przystąpić do badań.

Przede wszystkim trzeba kapilarkę z preparatem przymocować do zbiorniczka rtęci termometru. Szczegół ten jest specjalnie ważny, bo substancja umieszczona w kapilarce musi się znajdować dokładnie na wysokości zbiorniczka rtęci. Kapilarkę przywiązujemy nitką lub bardzo cienkim drucikiem.

Teraz termometr z kapilarką wprowadzasz do otworu i zamocowujesz go dwiema połówkami korka tak, aby odległość od dna probówki do końca zbiorniczka rtęci termometru wynosił 10—15 mm.

Nadeszła pora, aby rozpocząć powolne ogrzewanie zewnętrznego naczynia z cieczą.

Gdy temperatura osiągnie już ok. 70°C, tempo ogrzewania musi być możliwie jak najwolniejsze. Konkretnie, w drugiej fazie ogrzewania, to znaczy powyżej 70°C,

wzrost temperatury powinien wynosić nie więcej niż 0,5°C na minutę. Teraz już musisz bacznie obserwować kapilarkę z badaną substancją.

Temperaturę, w której pojawią się pierwsze kropelki cieczy, określamy temperaturą początku topnienia. Oto na tle białoszarej, matowej masy zobaczysz bezbarwne przejrzyste punkciki. Po kilkunastu sekundach całą kapilarę wypełni już bezbarwna klarowna ciecz.

Temperaturę, w której cała masa badanej substancji ulegnie już stopnieniu, określamy **końcową temperaturą topnienia.**

Oczywiście obie te temperatury musisz zanotować. Różnica pomiędzy początkiem a końcową temperaturą topnienia nie przekracza zwykle 1°C i zależy w dużej mierze od czystości, jak też i jednorodności badanego ciała. Bezpośrednio po jednym oznaczeniu zmieniasz kapilarki i dokonujesz dwu następnych oznaczeń. Tylko pamiętaj, z podnoszeniem temperatury cieczy termostatycznej nie wolno jest się spieszyć. Im wolniej podnosisz temperaturę, tym dokładniej uda Ci się uchwycić temperaturę początku i końca topnienia.

Substancje nietypowe

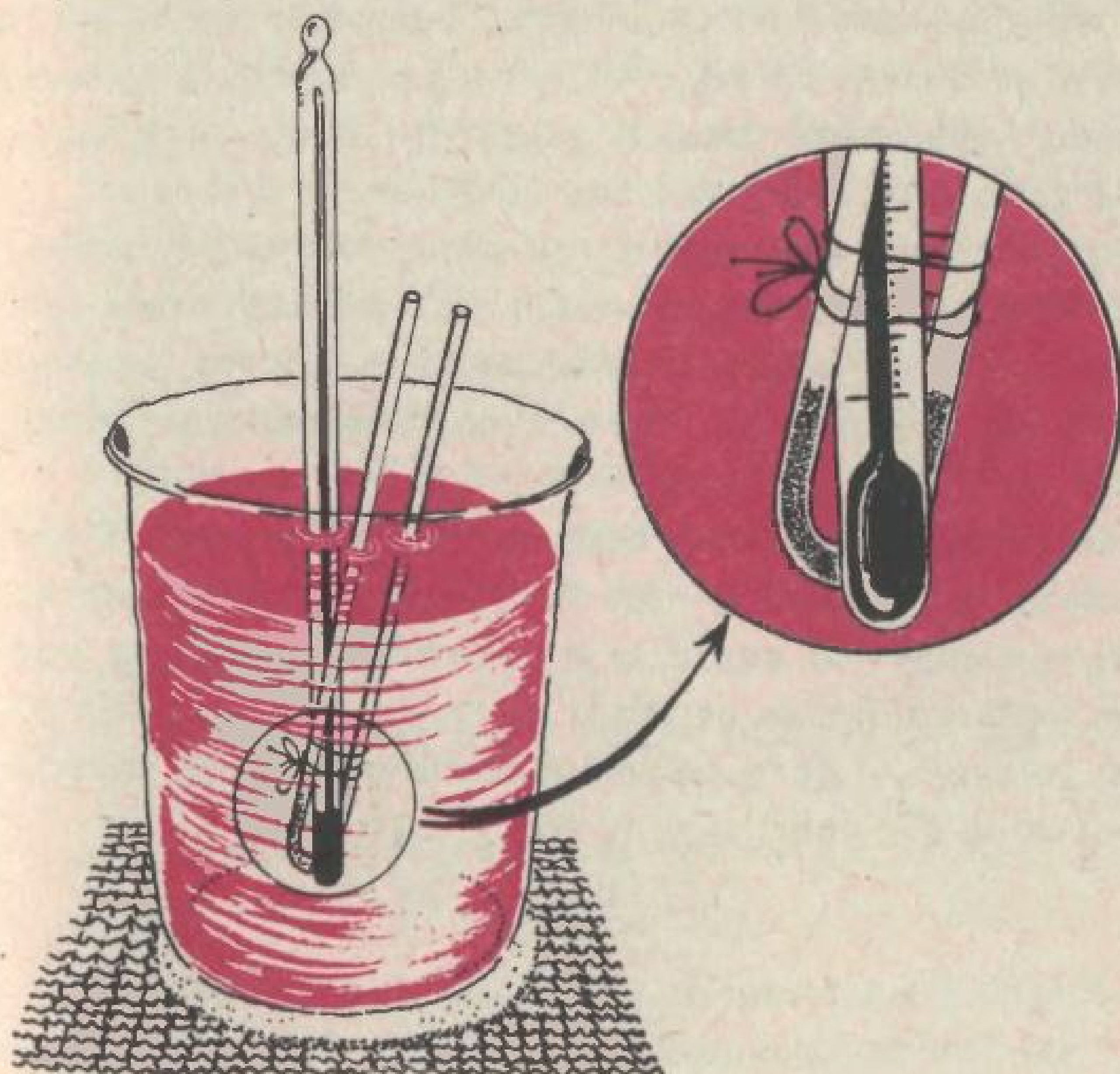
Opisując sposób napełniania kapilarek badaną substancją, podałem Ci, że substancja ta musi być uprzednio dokładnie rozdrobniona. W przypadku cukru, mocznika czy naftalenu jest to zupełnie proste.

— Co jednak zrobić — martwisz się — gdy zajdzie potrze-

ba wyznaczenia temperatury topnienia substancji o konsystencji wosku, parafiny czy wazeliny? Przecież ciał tego typu nie da się w moździerzyku utrzeć na proszek.

Tak, masz rację, ale i na to jest rada. Chemikowi nigdy nie wolno tracić głowy i załamywać bezradnie rąk. Zamiast tego musisz wyciągnąć 20 mm długości kapilarę o średnicy wewnętrznej ok. 2 mm. Kapilarę taką zegnij w kształcie litery U.

Przeznaczoną do badania substancję, np. parafinę, stop w małym naczyńku, po czym do stopionej parafiny



zanurz jedno ramię zgiętej kapilarki. Dzięki zjawisku włoskowatości, ciecz samoczynnie napełni kapilarkę. Teraz kapilarkę musisz odwrócić otworami ku górze i lekko ją ogrzać tak, aby stopiona parafina spłynęła w dół i wypełniła miejsce zgięcia.

Po napełnieniu, kapilarkę umieść w lodówce lub w mieszaninie lodu czy śniegu z solą i chłodź przez 30 minut. Dopiero po takim ochłodzeniu możesz przystąpić do właściwego oznaczania temperatury topnienia.

Kapilarkę z parafiną przywiąż do termometru tak, aby część zawierająca badany preparat znajdowała się na poziomie zbiorniczka z rtęcią. Termometr z kapilarą wstaw do zlewki z wodą. Ale **uwaga: końce kapilarki muszą wystawać ponad poziom wody w zlewce.** Całą taką aparaturę możesz obejrzeć na rysunku.

Rozpoczynasz powolne ogrzewanie wody. Gdy termometr wskaże temperaturę niższą o 5—6°C od przewidzianej temperatury topnienia badanego preparatu, zmniejsz tempo ogrzewania tak, aby przyrost temperatury wynosił ok. 0,5°C na 1 minutę.

Temperaturę, w której badana substancja, czyli Twoja parafina, przechodzi w stan ciekły (co sygnalizuje wzrost przejrzystości) i na zasadzie włoskowatości zaczyna podnosić się w kapilarze, uznajesz za temperaturę topnienia. Owo pełzanie w górę po ściankach kapilary jest charakterystyczne dla substancji w stanie ciekłym.

Parę słów o krzepnięciu

Temperatura krzepnięcia związków jest również jedną z ich cech niezmiennych, charakterystycznych, a więc bardzo dla nas wygodnych przy identyfikacji.

W zasadzie temperatura krzepnięcia odpowiada całkowicie temperaturze topnienia. Jak wiesz, każdy ze związków czy pierwiastków w ściśle dla siebie określonej i niezmiennej temperaturze, z ciała stałego przechodzi w ciekłe i przeciwnie — z ciekłego w stałe. Jednak w praktyce często się zdarza, że o wiele wygodniej jest nam oznaczyć temperaturę krzepnięcia. Np. chcemy wiedzieć, czy dany olej nadaje się do smarowania mechanizmów pracujących w niskich temperaturach, lub czy dana mieszanka nadaje się zimą do układu chłodzenia i w jakim zakresie temperatur.

Przyrząd do oznaczania temperatury krzepnięcia jest dosyć prosty, a więc możliwy do wykonania w warunkach amatorskich. Widzisz go na rysunku.

A oto przykłady oznaczeń.

Chcesz przebadać płyny do układu chłodniczego samochodu w zimie. W tym celu przygotuj:

a) czystą wodę — 100 cm^3;
b) roztwór zawierający 96 cm^3 wody i 4 cm^3 alkoholu etylowego;
c) roztwór zawierający 60 cm^3 wody, 20 cm^3 alkoholu etylowego i 20 cm^3 gliceryny.

Probówkę do oznaczania temperatury krzepnięcia napełnij do 3/4 czystą wodą, zamocuj termometr i całość

PRZYRZĄD DO OZNACZANIA TEMPERATURY KRZEPNIĘCIA



umieść w dużej zlewce napełnionej mieszaniną drobno potłuczonego lodu lub śniegu z solą. Jak takie mieszaniny oziębiające sporządzić, mówiliśmy obszernie w pierwszym rozdziale tej części książki.

Swój aparacik zamocuj w łapie statywu i uważnie obserwuj wskazania termometru. W pobliżu aparacika połóż lub zawieś zegarek, najlepiej z centralnym sekundnikiem i w odstępach 30 sekund dokonuj odczytów wskazań termometru. Wskazania musisz koniecznie notować.

Po paru minutach stwierdzisz względnie jednostajną szybkość opadania temperatury. Ale w okolicy 0°C coś poczyna się psuć. Oto mijają sekundy, nawet cała minuta, a słupek rtęci niezmiennie tkwi w okolicy 0°C. W tym samym czasie zauważysz również jak gdyby zmętnienie zawartości probówki. Wreszcie, dopiero po dobrych

paru minutach, wskazania termometru poczną znowu powoli maleć. Będzie to dla Ciebie sygnałem zakończenia badań.

Popatrzmy teraz na zapis temperatury. Zauważysz z łatwością, iż w okolicy 0°C nastąpiło jej zatrzymanie, po czym znów rozpoczęło się dalsze obniżanie wskazań. Nas interesuje właśnie owo siodełko w zapisie wskazań termometru. Bo z chwilą gdy rozpoczyna się proces krzepnięcia, temperatura ustala się na stałym poziomie i pozostaje tak długo, że cała masa badanej substancji przejdzie w stan stały.

Oczywiście w przypadku wody ma to miejsce, w temperaturze ok. 0°C.

Teraz z kolei swoją probówkę napełnij przygotowaną mieszaniną wody z alkoholem. Tym razem wskazania termometru zatrzymają się na dłużej przy temperaturze ok. —5°C.

Stąd praktyczny wniosek, że temperatura krzepnięcia mieszanek wodnoalkoholowych jest znacznie niższa od temperatury krzepnięcia czystej wody. Im więcej alkoholu dolejesz do wody, tym w niższej temperaturze będzie krzepła taka mieszanina.

Z faktu tego korzystają często kierowcy samochodów, dolewając zimą do chłodnic denaturat. Niestety, ten tak pozornie prosty sposób zabezpieczania zimą układu chłodzenia przed zamarznięciem, a więc rozsadzeniem bloku i chłodnicy, ma bardzo poważną wadę. Mianowicie, temperatura wrzenia zawartego w denaturacie alkoholu wynosi 78°C, zaś wody — 100°C. Ponieważ normalna temperatura pracy silnika spalinowego jest rzędu



80—85°C, stąd też z mieszanki nieustannie odparowuje alkohol, mieszanka staje się coraz uboższa w ten składnik, a więc coraz wyżej wrząca, a jej temperatura krzepnięcia też rośnie.

Wyznaczenie temperatury krzepnięcia Twojej mieszanki trzeciej, to znaczy tej trójskładnikowej woda-alkohol-gliceryna, będzie sprawą trudną. Aby badań takich dokonać, naczynie z mieszanką trzeba oziębić do temperatury —35°C, a to już nie jest łatwe. Ponieważ jednak znam Twoją ambicję i wytrwałość przy pokonywaniu trudnych problemów, widzę Cię już, jak wertujesz pierwszy rozdział tej części książeczki.

Oczywiście, masz rację, temperaturę ok. —50°C można uzyskać mieszając w podanej proporcji drobno potłuczony lód lub śnieg z **chlorkiem wapnia — $CaCl_2$.**

Ponieważ spodziewam się, że masz zamiar zabrać się do oznaczania temperatury krzepnięcia mieszaniny woda-alkohol-gliceryna, przypomnę Ci tylko o jeszcze dwu ważnych szczegółach:

— do prac w temperaturze poniżej 30°C należy stosować już termometry nie rtęciowe, lecz cieczowe, bo rtęć krzepnie przy ok. —36°C;

— z uwagi na znaczną różnicę temperatur mieszaniny oziębiającej i otoczenia, aby zapobiec szybkiej wymianie ciepła, nie żałuj trudu i naczynie z mieszaniną oziębiającą postaraj się jak najlepiej odizolować.

Tylko pozornie nie na temat

W związku z naszymi ostatnimi doświadczeniami, miłośnicy motoryzacji muszą pamiętać, że wszelkiego rodzaju własnej roboty mieszanki, zawierające glicerynę, należy traktować tylko jako zło konieczne. Mianowicie po wielu godzinach pracy w wysokiej temperaturze silnika, gliceryna ulega częściowemu rozkładowi, przy czym tworzą się produkty o odczynie kwaśnym. Wywołuje to silną korozję silnika, układu chłodzenia a zwłaszcza miedzianej uszczelki pomiędzy blokiem a głowicą.

Dlatego w zimie należy używać sprzedawane na stacjach benzynowych oryginalne płyny do chłodnic, np. płyn Borygo. Jest to mieszanina wody z glikolem etylenowym, a więc cieczą o wysokiej temperaturze wrzenia. Ponadto w skład płynu wchodzi jeszcze inhibitor* korozji oraz stabilizator zapobiegający rozkładowi glikolu.

Wracając jednak do naszego zasadniczego tematu, po serii doświadczeń z płynami do układów chłodniczych, proponuję Ci wyznaczyć teraz temperatury krzepnięcia różnych gatunków olejów spożywczych. Wykonasz to już bez mojej pomocy, w sposób zupełnie analogiczny do poprzednio opisanego.

---

* inhibitor — katalizator ujemny; katalizator zmniejszający szybkość procesu

Jak oznaczać temperaturę wrzenia?

Przede wszystkim musisz zmontować układ do destylacji. Naczyniem, z którego prowadzić będziesz destylację musi być niestety kolbka okrągłodenna.

Dlaczego niestety? No, bo inaczej tym razem zastosować się nie da. Po prostu w kolbce okrągłodennej ogrzewanie i destylacja zachodzi najrównomierniej, w niej też najłatwiej wyeliminować lokalne przegrzewanie się cieczy.

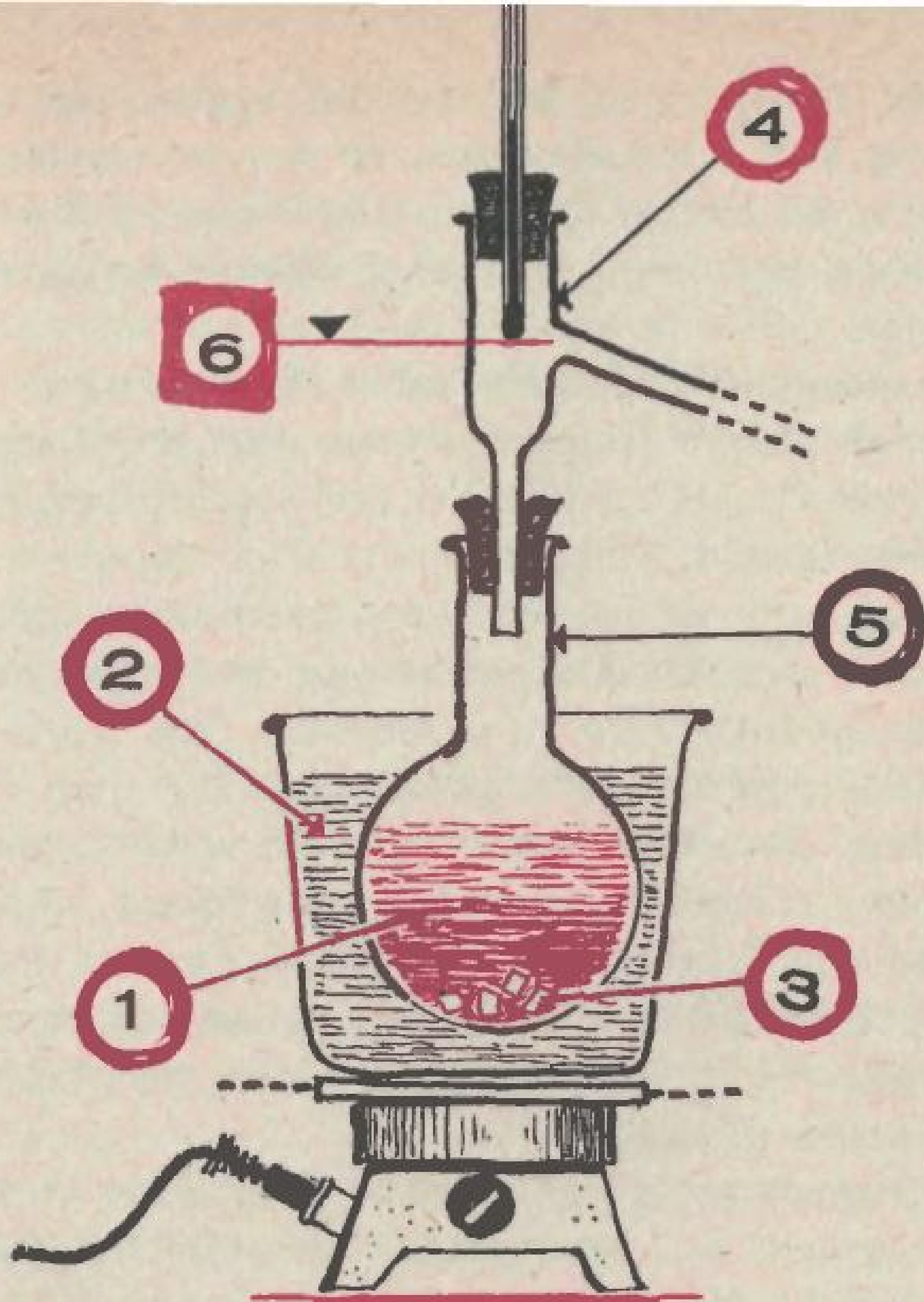
Pojemność kolbki powinna wynosić 100—150 cm^3. Jeżeli kolbka nie ma bocznego odprowadzenia, musisz — ale to koniecznie — postarać się o nasadkę destylacyjną. Nasadka taka, zamocowywana w korku szyjki kolbki gwarantuje osadzenie zbiorniczka termometru dokładnie na wysokości wylotu bocznej rurki odprowadzającej pary do chłodnicy.

Widok nasadki destylującej z zamocowanym w niej termometrem przedstawiam Ci na rysunku.

I to byłoby już wszystko, bo ani chłodnica ani odbieralnik nie wymagają specjalnych komentarzy. Pamiętaj tylko montując aparaturę wrzucić do kolbki destylacyjnej 3—4 małe kawałeczki porowatego materiału.

Skoro aparatura jest gotowa, a ciecz, np. benzen, aceton, czy czterochlorek węgla w ilości ok. 60 cm^3 wlana do kolbki, możesz rozpocząć ogrzewanie.

Pamiętaj, że nie wolno tego dokonywać bezpośrednio palnikiem czy też kuchenką elektryczną. Pomijając już względy bhp, które nam zabraniają takiego ogrzewania łatwo palnych cieczy, pomyśl o zasadniczym celu Twojej



1 BADANA CIECZ

4 NASADKA DESTYLACYJNA

2 ŁAŹNIA WODNA

5 KOLBA OKRĄGŁO-DENNA 100/150 ML

3 MATERIAŁ POROWATY

6 UWAGA! NA TYM POZIOMIE TERMOMET

pracy. Jest nim przecież nie szybkie zagotowanie wody na herbatę, lecz możliwie dokładne wyznaczenie temperatury wrzenia cieczy. Dlatego temperaturę kolbki musisz podnosić powoli, w sposób możliwie jak najrównomierniejszy.

Tego rodzaju ogrzewanie może Ci zapewnić tylko odpowiednia łaźnia. Jak pamiętasz, mam nadzieję, dla cieczy wrzących poniżej 100°C cieczą wypełniającą łaźnię będzie zwykła woda.

Gdy rozpocznie się już wrzenie, ogrzewanie musisz tak uregulować, aby wrzenie przebiegało w sposób równomierny i łagodny.

Co będzie tego dowodem? — pytasz.

Otóż ilość destylatu, opuszczającego wylot chłodnicy. Przeciętnie w 1 minucie powinno destylować 4—5 cm^3 cieczy, to jest 2 krople na sekundę.

Trzeba odnotować wskazanie termometru, w chwili gdy pierwsze krople opuszczają chłodnicę. Będzie to tzw. **temperatura początkowa.**

Właściwą temperaturę wrzenia odczytujesz ze wskazań termometru, w chwili gdy już oddestylujesz ok. 50% cieczy z kolbki. No, a temperaturę końcową odczytasz, gdy słupek cieczy w termometrze pocznie opadać.

Uwaga na mieszaniny azeotropowe

Przy wyciąganiu wniosków z danych jakie Ci dostarcza oznaczenie temperatury wrzenia, musisz być jednak ostrożny. Istnieją bowiem pewne specyficzne mieszaniny

cieczy, które zachowują się pozornie w sposób zupełnie nienormalny.

Weźmy jako przykład aceton.

Po jakiejś pracy zebrała Ci się reszta rozpuszczalników acetonu i chloroformu. Temperatura wrzenia pierwszego z nich, acetonu, wynosi 56,2°C, zaś chloroformu 61°C. Wydawałoby się, że aceton jako niżej wrzący da się łatwo oddestylować.

Tymczasem początkowo rzeczywiście z kolbki oddestyluje nieco acetonu, lecz już zaraz temperatura wrzenia się podniesie i odtąd przechodzić będzie mieszanina o stałym składzie: 58% chloroformu i 42% acetonu. A więc w takim przypadku drogą zwykłej destylacji mieszaniny aceton-chloroform rozdzielić się nie da.

Podobnie, metodą zwykłej destylacji, z mieszaniny woda-etanol, czyli alkohol etylowy, nigdy nie otrzymasz alkoholu 100%. Mianowicie, w temperaturze 78,15°C destyluje zawsze mieszanina zawierająca 95,5% etanolu i 4,5% wody.

Podobne mieszaniny, które nie dają się rozdzielić metodą zwykłej destylacji, tworzą:

kwas mrówkowy	—	woda	78%+22%;
aceton	—	chloroform	42%+58%;
aceton	—	dwusiarczek węgla	42%+58%;
aceton	—	toluen	91%+ 9%;
kwas solny	—	woda	20%+80%.

Mieszaniny takie zwiemy azeotropowymi z greckiego „wrzeć niezmiennie".

Czy wobec takich mieszanin jesteśmy już całkowicie bezradni? — pytasz.

O nie! Pomijając metody chemiczne, możesz i poprzez odpowiednio prowadzoną destylację mieszaniny takie rozdzielić.

A oto przykład mieszaniny wody z etanolem.

Dodając do 95,5% alkoholu **wapno palone — CaO**, czy inny środek silnie wiążący wodę, np. sód, można procentowość alkoholu podnieść do 99%. Jest to jednak przecież droga czysto chemiczna.

Ale możemy postąpić jeszcze inaczej. Oto do mieszaniny etanol-woda dodaje się małą porcję benzenu, po czym rozpoczynamy destylację. Teraz sprawa pozornie się wikła, ale nie martw się, wszystko się dobrze skończy.

Z mieszaniny etanol-benzen-woda tworzy się azeotrop najbardziej lotny. Stanowi go mieszanina benzenu z wodą.

Oznacza to, iż po pierwsze z mieszaniny etanol-woda-benzen destyluje mieszanina woda-benzen. Gdy już cała woda opuści kolbę, zaczyna destylować reszta benzenu, a dopiero po nim czysty niemal 100% etanol.

O mieszaninach azeotropowych wspomniałem Ci przede wszystkim dlatego, że trzeba się z nimi liczyć w wielu czynnościach. I tak np. tworzenie się azeotropu uniemożliwi Ci zatężanie roztworów niektórych kwasów przez ich destylację.



5 KWASY W TWOIM LABORATORIUM

Kwasy takie jak siarkowy, azotowy i solny należą bezsprzecznie do podstawowych odczynników potrzebnych nieomalże na co dzień w Twoich pracach chemicznych. Ich otrzymywanie, sporządzanie roztworów, przechowywanie, czy oznaczanie stężeń sprawia Ci wiele kłopotów, o czym wiem z Twoich listów. Dlatego właśnie ten rozdział poświęcimy kwasom i kłopotom, których Ci one nastręczają.

Otrzymywanie kwasów, a głównie siarkowego

Jak Ci już wielokrotnie powtarzałem, w amatorskim laboratorium można z powodzeniem otrzymać kwas solny, azotowy i fosforowy. Dokładny opis sposobu otrzymywania kwasu solnego oraz azotowego znajduje się w książeczce *Moje laboratorium, część I*, więc nie ma potrzeby go powtarzać. O kwasie fosforowym, a ściślej biorąc o jego dwu rodzajach, to znaczy **metafosforowym — HPO_2**, i **ortofosforowym — H_3PO_4**, pomówimy dokładnie w III części książki.

Obecnie zajmiemy się więc kwasem siarkowym.

Niezależnie od tego co było już na ten temat napisane czy powiedziane, Ty i inni młodzi chemicy nieustannie nadsyłacie listy z prośbami o przepis na jego otrzymanie.

Czy to jest możliwe?

Małe ilości i to silnie zanieczyszczonego oraz bardzo rozcieńczonego kwasu siarkowego można w domu otrzymać. Ale jest to sztuka dla sztuki. Osobiście, nawet zachęcam Cię do przeprowadzenia takiej syntezy dla wypróbowania własnych sił i uzyskania satysfakcji.

Stosunkowo najprostszymi sposobami uzyskania kwasu siarkowego w domowych warunkach, są dwie metody stosowane jeszcze przez alchemików:

— przez spalanie siarki z saletrą i pochłanianie w wodzie otrzymanych gazów;

— przez suchą destylację naturalnego **siarczanu żelazawego — $FeSO_4$**.

W pierwszej metodzie metalową łyżkę z płonącą mieszaniną siarki i zupełnie suchego azotanu potasu — S +

+ KNO_3, umieszcza się pod kloszem z wodą. Powstający **dwutlenek siarki — SO_2**, reagując z tlenkami azotu utlenia się do **trójtlenku — SO_3**, który rozpuszczając się w wodzie tworzy już **kwas siarkowy — H_2SO_4**.

W metodzie drugiej, prowadzona w temperaturze ok. 350°C sucha destylacja **siarczanu żelazawego — $FeSO_4$**, daje gaz SO_3, który rozpuszcza się w wodzie. Tą metodą produkowano H_2SO_4 jeszcze do końca XVIII wieku. Tak otrzymany kwas, od nazwy niemieckiej miejscowości Nordhausen, gdzie go produkowano, zwany był nordhauseńskim.

A więc chociaż znasz już dwie prastare metody otrzymywania H_2SO_4, to wzbogaciłeś tylko swoje umiejętności eksperymentatorskie a nie zasoby laboratorium w pełnowartościowe odczynniki. Obie te metody są — jakbyśmy to dziś powiedzieli — nietechnologiczne.

Kwas siarkowy „współczesny”

Dziś podstawą otrzymywania kwasu siarkowego jest **trójtlenek siarki — SO_3**, który rozpuszczony w wodzie, a ściślej w roztworze H_2SO_4, daje nam kwas siarkowy.

Niestety przez zwykłe spalanie, to jest przez utlenianie siarki otrzymasz nie trójtlenek, lecz **dwutlenek siarki — SO_2**. Jeżeli teraz gaz ten rozpuścisz w wodzie, to nie otrzymasz kwasu siarkowego, lecz bardzo słaby i nietrwały **kwas siarkawy — H_2SO_3**.

Na to, aby SO_2 przeprowadzić w SO_3 konieczna jest pomoc katalizatorów. W przemyśle zaprzęga się do tego

celu katalizatory wanadowe. Oczywiście w domowych warunkach są one niedostępne, więc możesz korzystać jedynie z pomocy słabych, ale za to bardzo tanich katalizatorów, jakimi są tlenki żelaza.

Najpraktyczniejszym źródłem takich związków są wypalone przedmioty z czerwonej niepolewanej gliny, a więc np. starą doniczkę tłucze się na drobne kawałeczki wielkości ziaren grochu, wygotowuje starannie w wodzie, po czym dokładnie suszy.

Tak otrzymanym katalizatorem trzeba teraz napełnić metrowej długości rurę żelazną lub ze szkła trudno topliwego. Rura ta musi być z zewnątrz silnie ogrzewana płomieniem gazowym, czy też uzwojeniem elektrycznym. Po ogrzaniu do 300—350° C, przez wnętrze przepuszczasz mieszaninę SO_2 z powietrzem. Pod wpływem katalitycznego działania tlenków żelaza następuje utlenienie SO_2 do SO_3.

Uchodzące z drugiego końca rury gazy trzeba więc odbierać i za-





raz pochłaniać w wodzie, a właściwie lepiej w rozcieńczonym kwasie siarkowym.

Jednak tlenki żelaza są katalizatorem zastępczym i dlatego nie możesz oczekiwać dużej wydajności reakcji. Dobrze, jeżeli 3—5% SO_2 utleni się do SO_3. Jest to więc metoda nierentowna, nastręcza wielu trudności praktycznych, a do tego daje bardzo słabe wyniki ekonomiczne.

W sumie wynika z tego, że gdzie indziej musisz szukać źródła czystego kwasu siarkowego. Tu proponuję metodę mało chemiczną, ale dość skuteczną. Radzę zaopatrzyć się w buteleczkę z docieranym korkiem oraz w uśmiech na twarzy i zwrócić się z grzeczną prośbą o odstąpienie nieco tego kwasu do pracownika jakiegoś warsztatu, samochodowego czy elektrotechnicznego, gdzie kwas siarkowy używany jest do napełniania akumulatorów.

Ustalanie tożsamości kwasów

Smutne doświadczenie uczy, że często z takiego lub innego powodu (konkretnie z powodu niedbalstwa Twojego lub bliźnich), masz do czynienia z jakąś nieznaną cieczą, która ...hmm, może jest, a może nie jest kwasem. Słowem zachodzi pytanie, jak dokonać identyfikacji kwasu.

Po pierwsze musisz sprawdzić, jaki odczyn posiada badana ciecz. Ale stanowczo odradzam posługiwania się w tym celu językiem. Co prawda kwasy odznaczają się rzeczywiście smakiem kwaśnym, ale zapamiętaj sobie raz na zawsze, że w chemii, w odróżnieniu od gastronomii,

nie wolno jest posługiwać się smakiem identyfikując nieznane substancje. A ponadto chemik, podobnie jak saper, myli się tylko raz. Dlatego też papierek lakmusowy lub własnej produkcji papierek wskaźnikowy, nasycony wyciągiem z czerwonej kapusty lub sokiem z czarnych jagód użyj do zbadania odczynu.

— *A co mam robić* — pytasz — *w przypadku gdy nie mam żadnego z wymienionych wskaźników?*

Ha, trudno, wstyd to wielki dla każdego, kto się chce nazywać chemikiem, ale nie tracąc głowy zaproś do pomocy sodę. Już nawet w obecności śladów kwasu soda natychmiast ulegnie rozkładowi, a towarzyszy temu pienienie się i syczenie. Reakcję, która zajdzie w przypadku sody i kwasu siarkowego, zapiszemy w ten sposób:



$$H_2SO_4 + Na_2CO_3 \rightarrow Na_2SO_4 + H_2O + CO_2\uparrow$$

Przebieg reakcji sody z kwasami solnym i azotowym, mam nadzieję, że zapiszesz już sam, bez mojej pomocy.

Jeżeli więc stwi dzisz, że badana ciecz ma odczyn kwaśny, a wchodzić tu w grę mogą kwas siarkowy, azotowy i solny, trzeba przystąpić do identyfikacji.

Sprawa jest prosta w przypadku kwasów stężonych. Wiadomo, że kwas siarkowy jest ciężki, oleisty, azotowy — żółty, zaś solny — bezbarwny i silnie dymiący.

Skoro jednak masz do czynienia z roztworami 10—20% czy wręcz 2—5%, trzeba wykonać proste analizy. W tym celu 2—3 ml badanej cieczy dodaj do zlewki z 30 ml wody destylowanej, po czym w ten sposób otrzymany roztwór wlej do trzech czystych probówek.

Do probówki pierwszej dodaj parę kropli 2—3% roz-

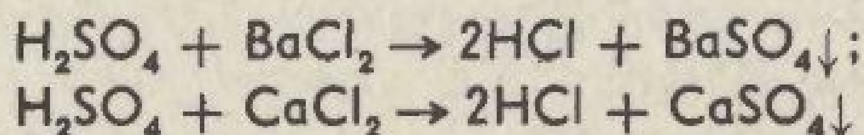
tworu **azotanu srebra — $AgNO_3$**. Jeżeli natychmiast po dodaniu $AgNO_3$ strąci się biały, serowaty osad, masz pewność, że w probówce znajduje się kwas solny. Z wymienionych trzech kwasów, reakcję taką daje jedynie kwas solny:



$$HCl + AgNO_3 \rightarrow HNO_3 + AgCl\downarrow$$

Skoro próba z $AgNO_3$ wypadnie negatywnie, czyli żaden osad się nie strąci, wówczas do probówki drugiej dodaj parę kropli 2—5% roztworu **chlorku barowego — $BaCl_2$**, lub **wapniowego — $CaCl_2$**.

Oba te związki z kwasem siarkowym dają od razu bardzo drobnokrystaliczny biały nierozpuszczalny osad siarczanu barowego lub wapniowego. Reakcji tej nie daje ani kwas solny, ani azotowy:



$$H_2SO_4 + BaCl_2 \rightarrow 2HCl + BaSO_4\downarrow;$$
$$H_2SO_4 + CaCl_2 \rightarrow 2HCl + CaSO_4\downarrow$$

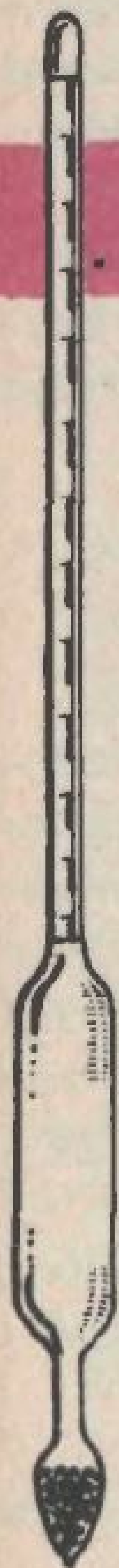
Dwóch podejrzanych masz już wyeliminowanych.

Wreszcie próba trzecia, której zadaniem będzie identyfikacja kwasu azotowego, polega na wykryciu anionu NO_3^-. W tym celu do probówki wlej 10 ml nasyconego wodnego roztworu **siarczanu żelazawego — $FeSO_4$** i 3 ml stężonego H_2SO_4. Po wymieszaniu probówkę przechyl i ostrożnie po ściance wlej do środka 1 ml badanej cieczy. Wlewanie musisz wykonać specjalnie ostrożnie, tak, aby nie wymieszać cieczy z roztworem znajdującym się już w probówce. Jeżeli badany roztwór zawierał aniony NO_3^-, na granicy płynów w probówce utworzy się wyraźna brunatna obwódka.

Ustalanie właściwości, czyli kontrola stężenia

Najpopularniejsze trzy kwasy umiesz już zidentyfikować.

Teraz przychodzi pora na postawienie bardzo ważnego pytania, *jakie jest stężenie danego kwasu, czyli po prostu, ilu iest on procentowy?*



AREOMETR

Najprostszą metodą pomiaru stężenia kwasu jest ustalenie jego gęstości, czyli ciężaru właściwego roztworu. Do tego celu służą areometry.

Zasada pomiaru ciężaru właściwego cieczy areometrem polega na wykorzystaniu prawa Archimedesa, które jak wiesz, głosi, że ciało zanurzone w cieczy tyle pozornie traci na ciężarze, ile waży ciecz przez nie wyparta.

Areometr, który widzisz na rysunku, składa się z pływaka obciążonego u dołu i wąskiej szyjki, na której znajduje się podziałka. Posiada ona stały ciężar i zanurza się w cieczy na głębokość zależną od ciężaru właściwego tej cieczy. Im jest on mniejszy, tym większa jest głębokość zanurzenia areometru. Stosowane są dwa rodzaje skal areometrów:

— dające bezpośrednie oznaczenie ciężaru właściwego;
— wskazujące procentową zawartość oznaczonego składnika w roztworze, dla którego są wyskalowane, np. alkoholomierze, cukromierze itp.

Przystępując do oznaczania, badaną ciecz wlewasz do ustawionego pionowo cylindra o odpowiedniej pojemności (areometr musi się w nim swobodnie mieścić i podczas wykonywania pomiaru nie może dotykać jego ścianek). Temperaturę badanej cieczy musisz doprowadzić do temperatury podanej na skali areometru.

Suchy i czysty areometr ujmujesz za górny koniec, po czym ostrożnie i wolno zanurzasz w cieczy w cylindrze. Po zanurzeniu areometru w cieczy trzeba odczekać aż do osiągnięcia właściwego stanu zanurzenia i dokonać odczytu na podziałce areometru.

Po dokonaniu oznaczenia ciężaru właściwego z odpowiednich tablic odczytuje się stężenie danego kwasu. Poniżej podaję Ci skrócone orientacyjne dane dotyczące przeliczania ciężaru właściwego na procentowość trzech interesujących nas kwasów:

% ok.	Gęstość w g/cm³ (t = 20°C)		
	H_2SO_4	HNO_3	HCl
5	1,035	1,030	1,025
10	1,070	1,055	1,052
15	1,105	1,090	1,075
20	1,145	1,115	1,100
25	1,185	1,150	1,127
30	1,220	1,180	1,152
35	1,265	1,220	1,180

% ok.	Gęstość w g/cm³ (t = 20°C)		
	H_2SO_4	HNO_3	HCl
40	1,310	1,250	1,200
50	1,400	1,315	—
60	1,505	1,375	—
70	1,615	1,420	—
80	1,735	1,460	—
90	1,820	1,490	—

Słów parę o miareczkowaniu

Ponieważ nie dysponujesz jeszcze areometrem, pytasz mnie:

Czy oprócz pomiaru ciężaru właściwego znamy jeszcze inną metodę wyznaczania procentowości kwasów?

Tak, metodą taką dysponujemy. Jest nią tzw. **miareczkowanie.** Metoda ta opiera się na reakcji zobojętniania kwasów przez wodorotlenki i odwrotnie.

Rozpatrzmy ją na przykładzie **kwasu azotowego — HNO_3.** Zobojętnienie tego kwasu wodorotlenkiem sodu obrazuje następujący zapis reakcji:



$$NaOH + HNO_3 \rightarrow NaNO_3 + H_2O$$

A więc z wodorotlenkiem sodu i kwasu azotowego powstaje sól, azotan sodu o obojętnym odczynie, oraz woda. Aby więc wyznaczyć stężenie kwasu azotowego, musisz możliwie dokładnie odmierzyć ilość posiadanego kwasu, jaką należy zużyć do zobojętnienia ściśle odważonej ilości stałego NaOH.

Ba, ale *co będzie dowodem, iż odważona ilość NaOH została już zobojętniona kwasem?* — dopytujesz się.

Od tego są **indykatory**. Ich barwa informuje Cię przecież o aktualnym odczynie danego środowiska. W tym konkretnym przypadku możesz użyć np. fenoloftaleinę. Jak wiesz w roztworach o odczynie alkalicznym jest ona czerwonomalinowa, zaś w obojętnym i kwaśnym — bezbarwna.

Prześledzimy to na konkretnym przykładzie.

Odważ możliwie dokładnie 0,4 g NaOH, rozpuść go w zlewce w 50 ml wody i dodaj parę kropel fenoloftaleiny. Roztwór natychmiast stanie się czerwony. Teraz, posługując się biuretą z podziałką, musisz wkraplać bardzo powoli, stale mieszając, badany kwas azotowy. Dodawanie HNO_3 kończysz, z chwilą gdy już jedna kropla powoduje całkowite odbarwienie roztworu.

Notujesz ilość użytego HNO_3 i zabierasz się do obliczeń. Powiedzmy, iż zużyłeś 5 ml kwasu. Układasz więc równanie: na zobojętnienie 1 mola, czyli 40,01 g NaOH potrzeba 1 mol, czyli 63,02 g HNO_3, to na zobojętnienie 0,4 g NaOH — potrzeba 0,63 g HNO_3.

Ponieważ zużyłeś 5 ml kwasu, oznacza to, iż w 5 ml roztworu znajduje się 0,63 g HNO_3, a więc w 100 ml mamy 12,6 g HNO_3, czyli masz do czynienia z roztworem ok. 12%.

Zastrzegam się z góry, że w opisany sposób nie można wyznaczyć stężenia kwasu zbyt dokładnie (błąd będzie wynosił ±10%), ale zgodnie z przysłowiem „gdy się nie ma co się lubi, to się lubi co się ma" — i to jest dobre. Błąd spowodowany jest następującymi czynnikami:

niedokładnością odważania wodorotlenku sodu, nieanalityczną czystością tego związku, niedokładnością w odmierzaniu kwasu azotowego, zbyt małą wrażliwością wskaźnika, jakim jest fenoloftaleina dla danego typu reakcji zobojętnienia.

Tym niemniej gorąco Ci polecam opisaną metodę oznaczenia procentowości kwasu azotowego, solnego i siarkowego, ponieważ stanowić ona będzie doskonałą okazję do nabrania wprawy w podstawowej umiejętności każdego chemika, jaką jest miareczkowanie oraz operowanie rachunkiem obliczania ilości surowców i produktów, czyli tzw. **rachunkiem stechiometrycznym.**

O *możliwości zatężenia*

Jednym z bardzo często poruszanych tematów w Twoich listach jest sprawa zatężania kwasów. Pytasz najczęściej:

Czy z posiadanych niskoprocentowych, rozcieńczonych roztworów kwasu siarkowego, azotowego lub solnego, mogę otrzymać roztwory stężone, a jeżeli tak, to w jaki sposób należy tego dokonać?

No cóż, rozumiem Twoje kłopoty ze zdobyciem czy też wytworzeniem stężonych kwasów. Owszem, w swoim laboratorium możesz dokonać zatężania, ale w sposób ograniczony. Wyjaśnię Ci to zaraz na przykładzie.

Kwas siarkowy — H_2SO_4

Rozcieńczone roztwory kwasu siarkowego można zatężać przez zwykłe odparowywanie wody.

UWAGA! KWAS



Jeżeli więc masz kwas siarkowy 5—10%, to wlej go do dużej parowniczki i ustaw na łaźni wodnej. Po długim ogrzewaniu otrzymasz kwas ok. 70%. Dalsze ogrzewanie na łaźni wodnej jest już w tym przypadku bezcelowe, bo w temperaturze 90—95°C, do jakiej możesz doprowadzić kwas w tych warunkach, więcej wody odparować się nie da.

Inaczej mówiąc, ogrzewanie w parowniczce porcelanowej na łaźni wodnej umożliwia zatężenie H_2SO_4 jedynie do ok. 70%.

Jeżeli jednak Ty chcesz otrzymać kwas bardziej stężony, musisz już użyć parowniczkę ołowianą. Ogrzewanie kwasu siarkowego w takiej parowniczce na łaźni olejowej pozwoli Ci na otrzymanie kwasu siarkowego 95%. Powyżej tego stężenia skład uchodzącej pary jest już taki jak i skład cieczy znajdującej się w parowniczce. Ustala się więc równowaga, przy czym zawartość wody i w parach i w cieczy wynosi ok. 3%. Stąd prosty wniosek, że granicy stężenia 95% już nie przekroczysz.

Na zakończenie pragnę Ci jeszcze tylko przypomnieć, że nawet rozcieńczony i zimny kwas siarkowy jest substancją silnie żrącą i parzącą, a cóż dopiero mówić o jego stężonych gorących roztworach. A więc obowiązuje ostrożność, ochronne okulary oraz uwaga i jeszcze raz — uwaga.

Kwas azotowy — HNO_3

Na pytanie, czy *roztwory tego kwasu można również zatężać*, odpowiem krótko: tak, można, ale tylko do pewnych granic. Mianowicie kwas azotowy tworzy z wodą znaną Ci już z rozdziału 3 tej części mieszaninę azeotropową. Mieszanina taka wrze już w stałej temperaturze i w warunkach zwykłej destylacji nie da się rozdzielić.

Destylując więc wodny roztwór kwasu azotowego stwierdzisz, że stężenie kwasu w kolbce rośnie, gdyż odparowuje woda. Jednak dzieje się tak jedynie do chwili, kiedy stężenie kwasu w kolbce osiągnie wartość 68,2%, co odpowiada temperaturze wrzenia 121,8°C. Od tego już momentu skład pary i cieczy będzie ten sam, gdyż jest to właśnie mieszanina azeotropowa. Taki kwas ma gęstość 1,41 i nazywamy go stężonym kwasem azotowym.

Aby otrzymać kwas azotowy jeszcze bardziej stężony, trzeba się już uciec do pomocy substancji silnie pochłaniających i trwale wiążących wodę. Najprostszym i najdostępniejszym takim „wodołapiącym” preparatem, jest stężony kwas siarkowy.

Tak więc do zatężonego już wstępnie przez zwykłą

destylację kwasu azotowego (a więc o stężeniu ok. 60%), dodaj kwas siarkowy w proporcji:

na 120 g HNO_3 — 80 g stężonego H_2SO_4.

Następnie całą tak otrzymaną mieszaninę przelej, ale **bardzo ostrożnie!** do kolbki destylacyjnej i destyluj. Tak postępując możesz podnieść stężenie kwasu azotowego z 60 do 90%.

Kwas solny — HCl

I znowu pytasz:

No, a co będzie z tym kwasem? Da się zatężać, czy też nie?

Odpowiedź moja będzie podobna do poprzednich: owszem, zatężać można, ale tylko do pewnych granic. Wyobraź sobie, że do kolby destylacyjnej wlejesz stężony, np. 30% kwas solny i rozpoczniesz ogrzewanie. W miarę wzrostu temperatury z roztworu zaczyna uchodzić gaz, **chlorowodór — HCl**. To jest zupełnie zrozumiałe, bo w miarę ogrzewania rozpuszczalność gazu HCl w wodzie maleje. Początkowo więc Twój roztwór zamiast się zatężyć, staje się coraz bardziej rozcieńczony. Po pewnym czasie, gdy temperatura wrzenia osiągnie 110°C, wytwarza się swoisty stan równowagi. Mianowicie, pary uchodzące do chłodnicy, mają już taki sam skład jak i sam roztwór zawierają ok. 20% HCl.

Sprawa przedstawia się odwrotnie, gdy do kolby wlejesz rozcieńczony np. 5% roztwór HCl. Wówczas w miarę ogrzewania, do chłodnicy uchodzi para wodna, czyli roztwór w kolbie staje się coraz bardziej stężony. Wresz-

cie, po pewnym czasie, temperatura wrzenia osiąga 110°C i już od tej chwili pary i zawartość kolby mają to samo stężenie — ok. 20% HCl.

Dalsze ogrzewanie staje się bezcelowe, bo z chwilą gdy temperatura wrzenia osiągnie 110°C, możesz oddestylować całą zawartość kolby, a stężenie HCl nie wzrośnie już ani o 1%.

Jakie stąd płyną dla Ciebie wnioski praktyczne?

— Rozcieńczone — roztwory HCl poprzez destylację możesz zatężyć tylko do 20%.
— Natomiast destylowanie roztworów HCl o stężeniu przekraczającym 20% nie tylko nie przyniesie pożytku, ale wręcz przeciwnie — straty. Po prostu destylacja obniży Ci pierwotne stężenie HCl do 20%.

* * *

I tak odpowiedziałem na Twoje konkretne pytania, dotyczące kwasów. Nie w pełni jesteś z nich zadowolony. Ale nie moja w tym wina, że np. nie daje się ich w nieskończoność zatężać. W każdym razie przy okazji zdobyłeś sporo wiadomości o fizykochemii kwasów. A to też coś znaczy.

III

DZIAŁ

PREPARATYKA

W części tej proponuję Ci zająć się preparatyką, czyli otrzymywaniem, w tym przypadku tylko kilku, ale za to ciekawych i ważnych związków.

Dopiero teraz będziesz mógł w pełni zademonstrować swoje umiejętności, swój kunszt eksperymentatorski.

Szczęśliwe dobrnięcie do mety, od której dzieliły Cię różne „zasadzki" w postaci rozpuszczań, sączeń krystalizacji itp. będzie okazją do zdobycia szlifów oficerskich.

No a poza tym wiemy obaj, o ile jest dla Ciebie cenniejszy słoiczek preparatu wykonanego nieraz z ogromnym trudem, lecz samemu, niż ten sam preparat zakupiony w sklepie.



1 RODZINA KWASÓW FOSFOROWYCH

Ponieważ synteza żadnego z kwasów fosforowych bezpośrednio z fosforu nie jest możliwa, pierwiastkiem tym nie będziemy się bliżej zajmować.

Gdybyś jednak chciał sam rozszerzyć swoje wiadomości o tym ciekawym mieszkańcu V grupy tablicy Mendelejewa i występującym aż w trzech odmianach alotropowych, to odsyłam Cię do innej książeczki z serii „Chemia dla Ciebie", a mianowicie do *Pierwiastków w moim laboratorium*.

W tym miejscu natomiast zajmiemy się otrzymywaniem oraz badaniem właściwości kwasów fosforowych.

* * *

Zdecydowana większość popularnych i powszechnie używanych soli fosforu wywodzi się z trzech jego najważniejszych kwasów.

Są to:

kwas ortofosforowy — H_3PO_4,
kwas pirofosforowy — $H_4P_2O_7$,
kwas metafosforowy — HPO_3.

Kwas ortofosforowy — H_3PO_4

Najpospolitszy i najłatwiejszy do nabycia jest kwas ortofosforowy, zwany w skrócie po prostu — kwasem fosforowym. Tę ciężką, oleistą ciecz barwy jasnożółtej, nabyć możesz w sklepach z odczynnikami. Jeżeli jednak zakup Ci się nie powiedzie, to spróbuj dać sobie radę we własnym zakresie.

Surowcami do otrzymania kwasu ortofosforowego będzie stężony **kwas siarkowy — H_2SO_4**, oraz suche,

drobno zmielone kości zwierzęce. Co dziwniejsze, najlepiej do tego celu nadają się kości stare, już wygotowane, a nawet takie, które przeleżały wiele lat na powietrzu, np. na polu. Kości zwierzęce musisz potłuc młotkiem na drobne kawałeczki, po czym tak przygotowany surowiec w ilości 100—200 g wsyp do blaszanej puszki i długo praż.

Zabieg ten ma na celu zwęglenie wszystkich związków organicznych. Podstawowym związkiem, wchodzącym w skład kości, jest **fosforan wapniowy** — $Ca_3(PO_4)_2$.

W kościach, szczególnie świeżych, znajduje się sporo tłuszczu oraz substancji klejących. Dlatego też potłuczone kości trzeba prażyć, aby spowodować rozkład tych związków organicznych. Pamiętaj tylko, że przy tej okazji wydziela się sporo, delikatnie mówiąc, bardzo niemiłego zapachu, a więc czynność tę trzeba wykonać na wolnym powietrzu, najlepiej zdala od zabudowań mieszkalnych.

Teraz do zlewki wsyp 10 g sproszkowanych wyprażonych kości i dodaj 50 ml wody i 7 ml stężonego kwasu siarkowego — H_2SO_4. Całość wymieszaj, postaw na siatce azbestowej i ogrzewaj cierpliwie przez 20—30 minut do



około 60°C. W zlewce zachodzi reakcja, którą możemy przedstawić równaniem



$$Ca_3(PO_4)_2 + 3H_2SO_4 \rightarrow 2H_3PO_4 + 3CaSO_4$$

A więc, jak widać, reakcji powstawania H_3PO_4 towarzyszy wydzielanie się nierozpuszczalnego siarczanu wapniowego — $CaSO_4$. Nierozpuszczalny $CaSO_4$ oblepi cząstki nierozłożonych jeszcze kości. Dlatego właśnie podczas ogrzewania zawartość zlewki musisz często mieszać.

Następnego dnia na dnie zlewki zgromadzi się osad $CaSO_4$ oraz nieprzereagowane resztki kości, nad osadem otrzymasz mniej lub bardziej klarowny roztwór. Roztwór ten ostrożnie zlej, a osad przemyj niewielką ilością wody i odsącz. Przesącz, oraz zlany roztwór połącz razem, umieść w parowniczce i ogrzewaj w celu zatężenia.

A teraz **uwaga:** po odparowaniu wody, gdy temperatura zawartości parowniczki przekroczy już 300°C, zaczną się wydzielać bardzo gryzące białe dymy dwutlenku siarki — SO_2. Jest to sygnał, iż rozpoczęło się odpędzanie zawartego w mieszaninie kwasu siarkowego. Z powodu toksyczności owych białych dymów, **zabieg odpędzania kwasu siarkowego musisz przeprowadzić na wolnym powietrzu lub pod dobrym wyciągiem.**

Odpędzanie SO_2 trwa tak długo, aż pobrana kropelka cieczy wpuszczona do probówki z $BaCl_2$ nie powoduje wytrącania się białego osadu $BaSO_4$ czy też $CaSO_4$. Jednym słowem musisz się upewnić, że cały nadmiar H_2SO_4 został już usunięty.

Gdy to nastąpi, w parowniczce pozostanie gęsty syrop. Jest to tak oczekiwany przez Ciebie **kwas ortofosforo-**

wy — H_3PO_4. Gdy kwas już ostygnie, rozcieńcz go nieco wodą i przelej do buteleczki zamykanej korkiem szlifowanym.

Drugim surowcem do otrzymywania kwasu ortofosforowego może być łatwo dostępny w sklepach z odczynnikami związek **fosforan dwusodowy — Na_2HPO_4**. Przez działanie na wodny roztwór tego związku gazowym **chlorowodorem — HCl**, powstaje kwas ortofosforowy. A oto schemat tej reakcji:

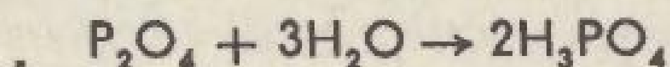


$$Na_2HPO_4 + 2HCl \rightarrow H_3PO_4 + 2\,NaCl\downarrow$$

Do kolbki z długą szyjką wlej wodny roztwór zawierający w 100 ml wody 15 g $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$. Całość musisz oziębić do temperatury 10—12°C, po czym wąską rurkę szklaną sięgającą dna kolbki wprowadzaj gazowy **chlorowodór — HCl**. Gaz ten trzeba wprowadzić bardzo powolnym strumieniem. Po 20—30 minutach odsącz zebrany na dnie osad NaCl, po czym roztwór zagęść przez odparowanie wody na łaźni wodnej aż do konsystencji syropu.

Gdy to nastąpi, oziębi i dodaj taką samą objętość 96% alkoholu etylowego. Powoduje to wytrącanie reszty NaCl. Po ostrożnym oddestylowaniu alkoholu etylowego masz już wystarczająco do naszych potrzeb czysty kwas ortofosforowy.

Trzecim, ale też i najtrudniejszym do zdobycia surowcem, z którego łatwo otrzymasz kwas ortofosforowy jest **pięciotlenek fosforu — P_2O_5**. W drodze bardzo gwałtownej reakcji z wodą



$$P_2O_4 + 3H_2O \rightarrow 2H_3PO_4$$

powstaje zupełnie czysty kwas ortofosforowy, i co najważniejsze, nie towarzyszy temu tworzenie się jakichkolwiek produktów ubocznych.

Kwas pirofosforowy — $H_4P_2O_7$

Najlepiej bez żadnych wstępów zabierzmy się do otrzymywania wymienionego w podtytule kwasu.

10 ml otrzymanego **kwasu-ortofosforowego — H_3PO_4**, ogrzewaj w małej parowniczce. Gdy już odparowana zostanie z niego woda, bezbarwną gęstą masę ogrzewaj do temperatury 230—250°C. Po 20 minutach pobierz grudkę masy, rozpuść ją w wodzie destylowanej i dodaj 3—4 krople 1% roztworu $AgNO_3$. Po tym zabiegu powinien wytrącić się biały osad. Jeżeli jednak osad będzie żółty, ogrzewaj całość jeszcze przez 10 minut i próbę z $AgNO_3$ ponów z następną grudką masy.

Jakiemu celowi służyło ogrzewanie? — pytasz.

Otóż w czasie ogrzewania kwasu ortofosforowego zachodzi odwodnienie i powstaje kwas pirofosforowy



$$2H_3PO_4 \xrightarrow{temp.} H_4P_2O_7 + H_2O\uparrow$$

Gdy więc po dodaniu do próbki $AgNO_3$ wytrąca się już biały osad, resztę zawartości parowniczki ostudź, w wyniku czego otrzymasz bezbarwne, hygroskopijne kryształy kwasu **pirofosforowego — $H_4P_2O_7$**.

Na zakończenie krótkiego opisu otrzymywania kwasu pirofosforowego zapisz starannie w dzienniczku, a moc-

no w pamięci, że jego roztwory, podobnie zresztą jak roztwory jego soli, dają z $AgNO_3$ biały osad pirofosforanu srebra — $Ag_4P_2O_7$.

Kwas metafosforowy — HPO_3

A teraz otrzymywać będziesz trzeci z tej rodziny kwasów, kwas metafosforowy.

W tym celu nasz H_3PO_4 ogrzewaj w parowniczce przez 30 minut do temperatury 230—250°C, a potem powstałą szklistą masę jeszcze przez 15 minut — do temperatury 400°C.

Podczas tak silnego ogrzewania parowniczki zachodzi odwodnienie kwasu ortofosforowego i powstaje kwas metafosforowy — HPO_3.

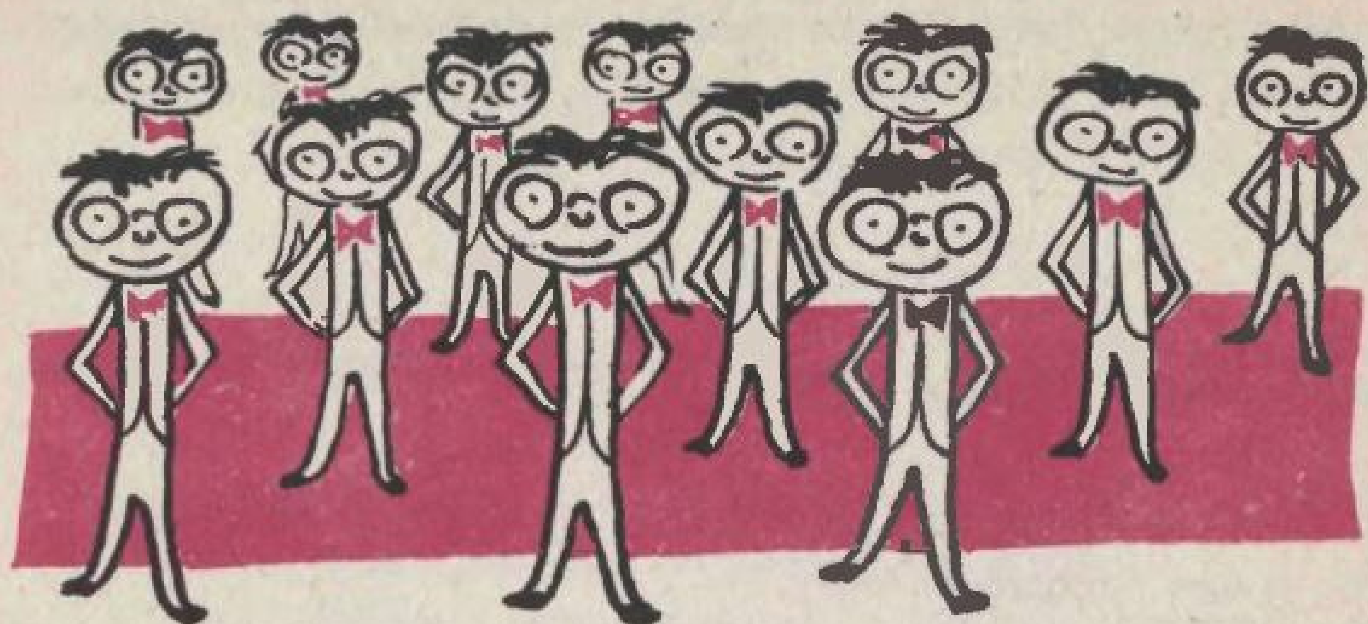


$$H_3PO_4 \xrightarrow{temp.} HPO_3 + H_2O\uparrow$$

Rozróżnianie braci i ich dalszych rodzin

Ponieważ każdy z przed chwilą omówionych kwasów fosforowych jest jak gdyby głową całego rodu związków, żeby się w tym wszystkim nie pogubić, musisz poznać proste metody ich rozróżniania.

Najpierw omówimy **kwas ortofosforowy — H_3PO_4** i jego pochodne. W praktyce oznacza to identyfikację anionów PO_4^{3-} Rozpoczniemy od wykrywania anionów PO_4^{3-} w roztworach alkalicznych i obojętnych.



Do probówki wlej 10 ml wody i dodaj ok. 1 ml **kwasu ortofosforowego — H_3PO_4**. W osobnej probówce przygotuj rozcieńczony (ok. 1%) roztwór **azotanu srebra — $AgNO_3$**.

Pobierz próbkę rozcieńczonego H_3PO_4, dodaj kilka kropli rozcieńczonego NH_4OH i papierkiem kontroluj odczyn roztworu, aż otrzymasz roztwór obojętny lub lekko alkaliczny. Wtedy do próbki dodaj 2—3 krople wodnego 1% roztworu $AgNO_3$. Po wstrząśnięciu, na dno probówki opadnie **żółty**, drobnoziarnisty osad. Jest nim **ortofosforan srebra** o wzorze **Ag_3PO_4**:



$$H_3PO_4 + 3AgNO_3 \rightarrow Ag_3PO_4\downarrow + 3HNO_3$$

I znów zapamiętaj dobrze tę reakcję, ponieważ tylko kwas ortofosforowy i pochodzące od niego sole, czyli związki dysocjujące z wytworzeniem anionów PO_4^{3-} dają żółty osad z $AgNO_3$.

Drugą reakcją charakterystyczną dla ortofosforanów w środowiskach obojętnych i alkalicznych jest strącanie

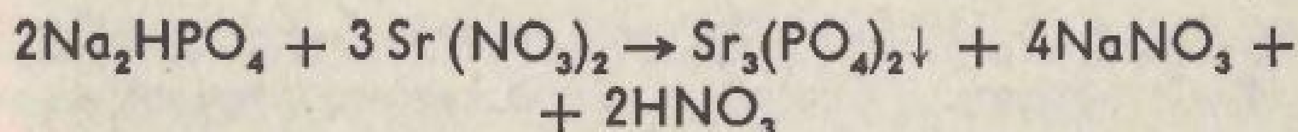
się **białego** osadu **ortofosforanu amonowo-magnezowego** — $\mathbf{Mg(NH_4)PO_4 \cdot 6H_2O}$.
Powstaje on w wyniku reakcji:



$$Na_2HPO_4 + MgCl_2 + NH_3 \rightarrow Mg(NH_4)PO_4\downarrow + 2NaCl$$

Jako odczynnik do tej reakcji służy tzw. mieszanina magnezowa, to jest mieszanina roztworów 10% $MgCl_2$ i 10% NH_4Cl zalkalizowana nadmiarem NH_4OH.

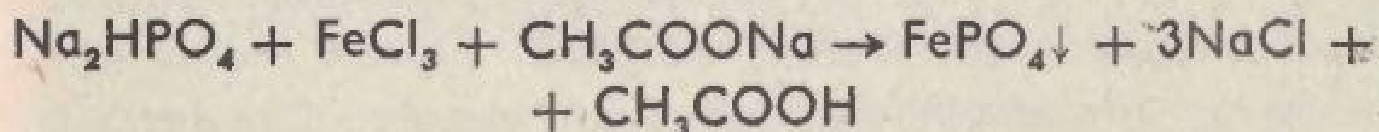
Dalej warto wiedzieć, że z roztworami soli strontu, baru i wapnia ortofosforany, czyli konkretnie aniony PO_4^{3-} dają białe, nierozpuszczalne w wodzie osady:



$$2Na_2HPO_4 + 3\,Sr(NO_3)_2 \rightarrow Sr_3(PO_4)_2\downarrow + 4NaNO_3 + 2HNO_3$$

Sole te są rozpuszczalne w kwasie octowym

A teraz kilka wiadomości o wykrywaniu ortofosforanów w roztworach kwaśnych. Do badanej próbki dodaj chlorek żelazowy i octan sodu, a strąca się wówczas ortofosforan żelazowy:



$$Na_2HPO_4 + FeCl_3 + CH_3COONa \rightarrow FePO_4\downarrow + 3NaCl + CH_3COOH$$

Bardzo czuła jest również reakcja ortofosforanów z molibdenianem amonu.

Teraz zajmiemy się bliżej **kwasem pirofosforowym** — $\mathbf{H_4P_2O_7}$ i jego pochodnymi, czyli anionami $\mathbf{P_2O_7^{4-}}$

W 10 ml wody rozpuść ok. 0,5 g kwasu pirofosforowego albo dowolnej pochodnej tego kwasu. Następnie dodaj

parę kropli 1% roztworu $AgNO_3$, a zaobserwujesz, że strąca się osad **biały.** (Nie zapomnij: ortofosforany z $AgNO_3$ dają osad żółty).

Roztwory soli strontu, baru i wapnia z pirofosforanami dają osady, które w przeciwieństwie do osadów utworzonych z ortofosforanów, są **nierozpuszczalne** w kwasie octowym.

I wreszcie kwas metafosforowy i jego pochodne, czyli aniony PO_3^-.

Teraz do celów analitycznych potrzebne Ci będzie białko jaja kurzego.

Parę kropli świeżego białka wlej do probówki, dopełnij ją wodą destylowaną i całość silnie wstrząśnij. Pręcikiem szklanym pobierz próbkę kwasu metafosforowego i również rozcieńcz ją wodą. Do tak przygotowanej próbki dodaj 10 ml roztworu białka kurzego.

Nie minie kilka sekund i zauważysz pojawienie się w roztworze drobnych, licznych kłaczków. Jest to białko ścięte działaniem kwasu metafosforowego.

Reakcja ta, jak łatwo się domyślasz, jest charakterystyczna tylko dla kwasu metafosforowego. W ten właśnie prosty sposób, a więc wykorzystując jego zdolność do ścinania roztworów białka, odróżnić się da nie tylko sam kwas metafosforowy od jego pozostałych braci, ale również i jego sole od soli innych kwasów fosforowych.

Aby łatwiej zapamiętać reakcje charakterystyczne dla poszczególnych anionów rodziny kwasów fosforowych, korzystaj z poniższej tabelki.

Zestawienie metod identyfikacji kwasów fosforowych i ich soli

Nazwa i symbol anionu	Reakcja z $AgNO_3$	Reakcja z solami wapnia, baru, strontu	Reakcje specjalne
ortofosforany — PO_4^{3-}	żółty — Ag_3PO_4	białe osady rozpuszczalne w kwasie octowym	osad z mieszaniną magnezjową, osad z molibdenianem amonu
pirofosforany — $P_2O_7^{4-}$	biały — $Ag_4P_2O_7$	białe osady nierozpuszczalne w kwasie octowym	—
metafosforany — PO_3^-	biały — $AgPO_3$	—	ścinanie białka kurzego

Perła fosforanowa

Odrobinę kwasu metafosforowego rozpuść w wodzie i zobojętnij wodorotlenkiem sodu. Otrzymasz wówczas metafosforan sodu



$$HPO_3 + NaOH \rightarrow NaPO_3 + H_2O$$

Z roztworu tego odparuj wodę, po czym grudkę $NaPO_3$ wypraż w uszku cienkiego drucika platynowego. Prażenie musisz prowadzić w nieświecącej części płomienia palnika gazowego.

W wyniku takiego ogrzewania w uszku drucika otrzymasz bezbarwną szklistą kuleczkę. Jest nią właśnie perła fosforanowa. Jeżeli teraz perłę taką zwilżysz roztworem

np. soli miedzi i ponownie wyprażysz, przybierze barwę zieloną. Perła fosforanowa zwilżona solami chromu i wyprażona zabarwi się na czerwono, a zwilżona związkami manganu — na fioletowo itd.

Jasno stąd wynika, że perła fosforanowa może stanowić dla Ciebie cenną pomoc przy identyfikowaniu metali i ich związków.

Zastosowanie kwasu ortofosforowego

Spośród kilku zastosowań kwasu fosforowego zajmiemy się teraz jego przydatnością przy polerowaniu metali i ich ochronie przed korozją.

Jak wiemy, polerowanie mechaniczne, czyli — co tu dużo ukrywać — w naszych warunkach z zasady ręczne, jest procesem nadzwyczaj żmudnym i pracochłonnym. Pół biedy gdy mamy do czynienia z wyrobami czy przedmiotami płaskimi, średniej wielkości, np. z płaskim pudełeczkiem czy płytką. Co jednak zrobić, gdy w grę wcho



dzi wypolerowanie przedmiotów małych i do tego silnie profilowanych, a więc np. broszki, jakiejś figurki, spinki czy klamerki?

Właśnie w tego typu przypadkach z pomocą przychodzi nam polerowanie chemiczne, bądź tzw. elektrochemiczne.
— *Co to jest to elektrochemiczne polerowanie?* — chcesz się dowiedzieć.

Jeżeli metale albo ich stropy zanurzysz w odpowiednio przygotowanej kąpieli i będą przy tym odpowiednie warunki elektryczne oraz właściwa temperatura, i podłączysz je tak, aby stanowiły anody, to w miarę elektrolizy powierzchnia ich będzie się wygładzać i wybłyszczać.

A polerowanie chemiczne? — pytasz dalej.

Takie polerowanie zachodzi wtedy, gdy metale zanurzymy do odpowiednich roztworów i to koniecznie roztworów utleniających.

Ograniczę się do opisania procesu łatwiejszego, to jest polerowanie metali właśnie metodą chemiczną.

Miedź i jej stopy

Przedmioty wykonane z miedzi, mosiądzu albo brązu musisz odtłuścić acetonem albo wapnem wiedeńskim i zawieszone na drucie zanurzyć w jednym z dwu roztworów:

1) kwas ortofosforowy — H_3PO_4, stężony — 50 ml,
   kwas azotowy — HNO_3, stężony — 20 ml,
   kwas octowy — CH_3COOH, stężony — 30 ml,

temp. kąpieli 65—75°C, czas polerowania 100—120 sekund:

2) kwas ortofosforowy — H_3PO_4, stężony — 25 ml,
kwas azotowy — HNO_3, stężony — 15 ml,
kwas octowy — CH_3COOH, stężony — 60 ml,

temp. kąpieli 50—60°C, czas polerowania 20—80 sekund.

W trakcie polerowania przedmiot zawieszony w kąpieli musisz stale poruszać. Po skończonym polerowaniu przedmioty trzeba dokładnie opłukać w wodzie.

Obie podane kąpiele pozwalają nadać przedmiotom miedzianym, mosiężnym i brązowym lśniący połysk. Pamiętaj jednak, iż jest to tylko wybłyszczenie, a więc kąpiel ta nie jest w stanie usunąć czy też wyrównać głębokich rys, wżerów i pęknięć, słowem — poważnych wad powierzchni.

Aluminium

Chemiczne polerowanie aluminium, podobnie jak polerowanie miedzi, opiera się na tych samych zasadach, przy czym rolę utleniacza spełnia teraz kwas azotowy. Aby uniknąć niepotrzebnych rozczarowań i zawodów, musisz pamiętać, że dobre wyniki uzyskać można tylko w przypadku polerowania czystego aluminium, czy też stopów tego metalu, ale zawierających tylko nieznaczne domieszki. Dla przykładu — stop aluminium PA-2 poleruje się chemicznie dobrze, stopy PA-4 i PA-6 — zdecydowanie źle. Powodem niepowodzeń są tu znaczne domieszki krzemu i miedzi w stopach. Natomiast paropro-

centowa zawartość magnezu w tym przypadku nic nie przeszkadza.

Do polerowania aluminium stosuje się roztwór o składzie:

kwas ortofosforowy — H_3PO_4, stężony — 47,0 ml,
kwas siarkowy — H_2SO_4, stężony — 8,5 ml,
kwas azotowy — HNO_3, stężony — 4,2 ml,
kwas borowy — H_3BO_3 — 0,5 g,
azotan miedziowy — $Cu(NO_3)_2$ — 0,5 g,

temperatura kąpieli 100—105°C, czas polerowania 30—120 sekund.

Jasne, że przedmioty aluminiowe przeznaczone do chemicznego polerowania, musisz odtłuścić tak, jak to robiłeś w przypadku miedzi.

Oczywiście i tym razem masz do czynienia tylko z procesem wybłyszczania, który nie jest w stanie usunąć poważniejszych wad powłoki, a więc rys i wżerów.

Pamiętaj, aby po skończonym procesie polerowania przedmiot bardzo dokładnie wypłukać w wodzie.

Stal węglowa

W stosunku do stali węglowych polerowanie chemiczne nie daje tak efektownych wyników, jak to ma miejsce przy miedzi czy aluminium, ale jest celowe. Proces jest długotrwały, a same wyroby muszą być poprzednio starannie odtłuszczone i wytrawione. Polerowanie prowadzisz w roztworze:

kwas ortofosforowy — H_3PO_4, stężony — 2 g,

kwas szczawiowy — $C_2H_2O_4$ — 25 g,
kwas siarkowy — H_2SO_4, stężony — 0,1 g,
nadtlenek wodoru — H_2O_2 — 13 g,
woda do objętości 1 l.

Temperatura kąpieli 20—25°C, czas polerowania 40—60 minut.

Kwas fosforowy w walce z korozją

Proponuję Ci teraz wykonanie takiego doświadczenia. Do ciepłego, 30% wodnego roztworu **kwasu fosforowego — H_3PO_4**, zanurz silnie zardzewiały (bardziej naukowo — skorodowany) przedmiot stalowy, np. kawałek drutu, gwóźdź czy klucz.

Po 2—3 godzinach z łatwością stwierdzisz, że znikł całkowicie ślad po skorodowaniu. Oczywiście usunięcie produktów korozji nie jest wcale równoznaczne z przywróceniem przedmiotowi jego dawnego wyglądu. Pamiętajmy, że pewne procesy są nieodwracalne. I tak, gdy próchnica zaatakuje nam ząb, ale w porę pójdziemy do dentysty, to po usunięciu próchnicy ząb jest uratowany.

Podobnie sprawa przedstawia się i z metalami. Gdy korozja zaatakuje ich powierzchnie, możemy ją oczyścić, ale po usunięciu rdzy pozostaną głębsze lub płytsze wżery.

Oczywiście winy za taki stan rzeczy nie ponosi wcale kwas fosforowy. Jego rola była bardzo podobna do roli wiertła dentystycznego. Tak jak wiertło usuwa próchnicę, tak i kwas fosforowy z wszelkich zakamarków i zagłębień usuwa produkty korozji.

Wielką zaletą kwasu fosforowego jako odrdzewiacza jest jego selektywność, czyli wybiórczość działania. A więc w roztworach kwasu fosforowego rozpuszczają się tylko produkty korozji żelaza — tlenki, wodorotlenki czy węglany. Natomiast w przypadku zetknięcia się kwasu fosforowego z czystą powierzchnią stali powstaje bardzo cienka, ale świetnie przylegająca do podłoża, nierozpuszczalna warstewka fosforanu żelaza. Warstewka taka chroni dobrze stal przed korozją i jest zarazem świetnym podkładem dla farb i lakierów.

Obecnie znajdują się w sprzedaży dwa odrdzewiacze fosforanowe używane powszechnie, zwłaszcza przez użytkowników samochodów. Są to preparaty o nazwach Focyt i Fosol.

Ponieważ wiem, że najbardziej jednak cenisz preparaty wykonane we własnym laboratorium, podam Ci zaraz składy kilku odrdzewiaczy fosforanowych:

1) kwas fosforowy — H_3PO_4 100% — 35 ml,
   woda — 65 ml,
   płyn Kuchcik lub Amex — 0,5 ml;



2) kwas ortofosforowy — H_3PO_4, 100% — 35 ml,
denaturat — 15 ml,
woda — 50 ml,

3) kwas ortofosforowy — H_3PO_4 100% — 30 ml,
denaturat — 10 ml,
płyn Kuchcik lub Amex — 0,5 ml,
woda — 40 ml.

Przedmioty stalowe, przeznaczone do odrdzewiania koniecznie odtłuść acetonem. Po odrdzewieniu, a więc po usunięciu produktów rdzy, przedmiot musisz przeszczotkować szczotką stalową i przemyć denaturatem. Tak odrdzewiony przedmiot możesz pomalować lakierem rdzochronnym albo też powlec smarem antykorozyjnym.

Odrdzewiacze fosforanowe zdają szczególnie dobrze egzamin w przypadkach przedmiotów o skomplikowanych kształtach, a więc śrubach, nakrętkach, częściach gwintowanych itp.



2 BORAKS — ANALITYKA I BARWY

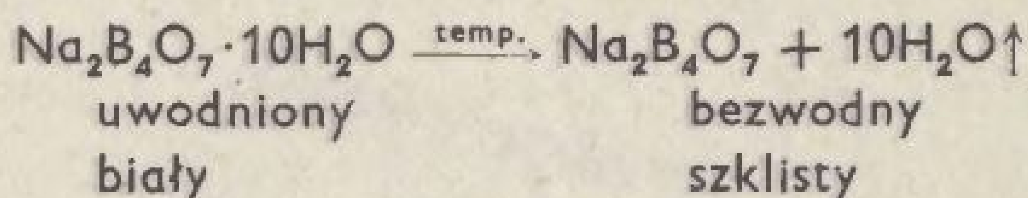
Mamy teraz do wykonania serię doświadczeń ze związkami boru.

Perła boraksowa

Na końcu wtopionego w pałeczkę szklaną drucika platynowego (lub ostatecznie stalowego) zagnij małe uszko. Uszko to zanurz w kwasie solnym i wprowadź do płomienia palnika gazowego. Po 2—3-krotnym wykonaniu tego zabiegu, który ma na celu oczyszczenie drucika, na

uszko nabierz grudkę boraksu, czyli **czteroboranu sodu** – $\mathbf{Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O}$ i wprowadź ją do płomienia palnika. W trakcie ogrzewania boraks zaczyna puchnąć, pienić się, aż nareszcie przejdzie w ciało szkliste.

W trakcie silnego ogrzewania boraks ulega odwodnieniu:



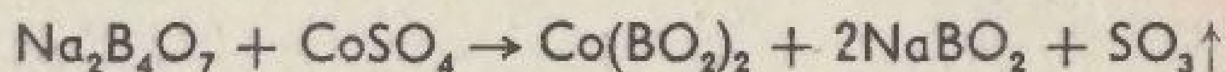
$$Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O \xrightarrow{temp.} Na_2B_4O_7 + 10H_2O\uparrow$$

uwodniony biały — bezwodny szklisty

Teraz uszko z gorącą szklistą masą zanurz znów w boraksie i znowu ogrzewaj w płomieniu. Chodzi o to, aby w uszku drucika powstała kropelka szklistego boraksu, zwana właśnie perełką. Gdy to już osiągniesz, perełkę zwilż, ale podkreślam – **tylko lekko zwilż,** rozcieńczonym wodnym roztworem jakiejkolwiek soli kobaltu, po czym perełkę ogrzewaj w płomieniu.

Po wyprażeniu perełka przybierze piękną barwę szafirową.

Reakcję, jaka zaszła na końcu drucika pomiędzy perłą boraksową a związkiem kobaltu, a więc na przykład **siarczanem kobaltu – $\mathbf{CoSO_4}$**, można zapisać tak:



$$Na_2B_4O_7 + CoSO_4 \rightarrow Co(BO_2)_2 + 2NaBO_2 + SO_3\uparrow$$

Reakcja ta, prowadząca do powstania niebieskoszafirowego **boranu kobaltowego – $\mathbf{Co(BO_2)_2}$**, jest bardzo czuła. Wystarczy jedna część kobaltu na 35 000 części boraksu, aby jeszcze wystąpiło szafirowe zabarwienie.

Jeżeli jednak zamiast soli kobaltu użyjesz roztwór związków miedzi, np. $CuSO_4$ i zwilżysz nim perłę borak-

sową, to po wyprażeniu przyjmie ona barwę zielonkawą lub niebieską.

Reakcję zachodzącą pomiędzy boraksem a solami miedzi, możemy zapisać następująco:

1) sole miedzi $\xrightarrow{\text{ogrzanie}}$ CuO,
2) $Na_2B_4O_7 + CuO \rightarrow 2NaBO_2 + Cu(BO_2)_2$.

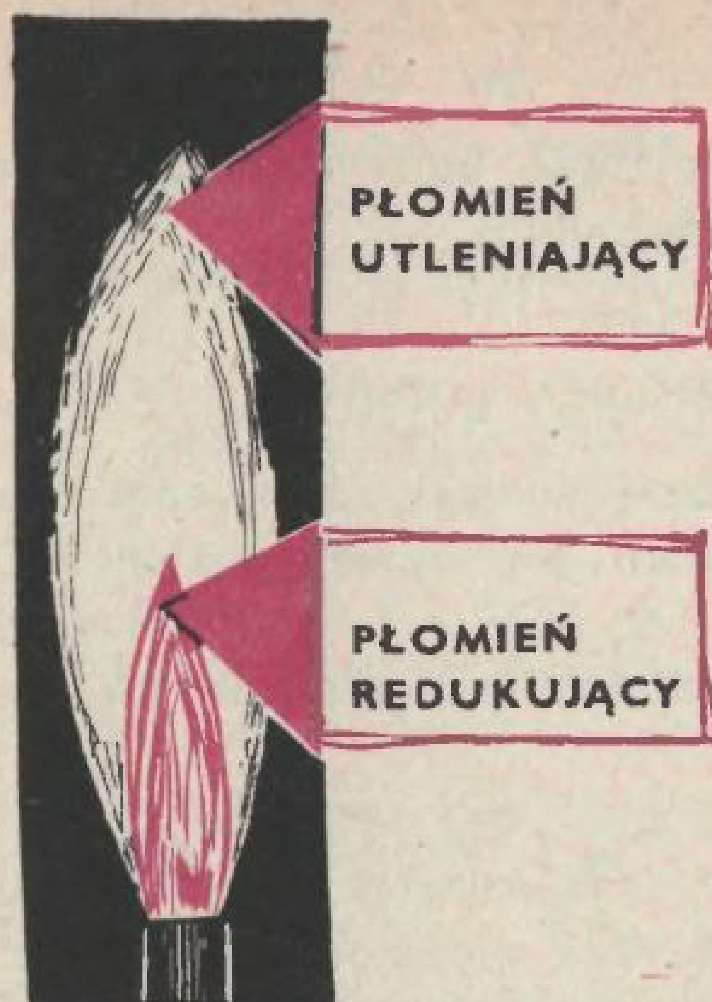
A więc w pierwszej fazie podczas ogrzewania związki miedzi ulegają rozkładowi i przechodzą w tlenek CuO. Z kolei tlenek, reagując na gorąco z bezwodnym szklistym boraksem daje charakterystycznie zabarwiony boran miedziowy — $Cu(BO_2)_2$.

Proszę Cię, zwróć na to uwagę i dobrze zapamiętaj fakt, że w podwyższonej temperaturze boraks reagował z tlenkiem miedziowym. Jak niedługo się przekonasz, reakcja boraksu z tlenkami metali jest bardzo ważna z dwu powodów — analitycznych i technicznych.

A teraz uwaga: na kawałeczek kartonu nasyp odrobinę glejty ołowiowej (tlenek żółty) lub minii ołowiowej (tlenek czerwony). Gorącą perełką boraksową dotknij jednego z tych związków, a potem perełkę ogrzewaj w płomieniu początkowo redukującym, a następnie utleniającym.

Powstaje boran ołowiawy, który w płomieniu redukującym rozkłada się z wydzieleniem wolnego ołowiu. Metal ten zabarwia wówczas perełkę na ciemnoszaro.

A więc dochodzi coś nowego. Mianowicie barwa perły boraksowej zależy nie tylko od rodzaju metalu, z którym reagowała, ale i od rodzaju płomienia (czy był redukujący czy też utleniający). Co więcej, barwa nie-



których pereł boraksowych zmienia się jeszcze w zależności od temperatury.

Poniżej w tabelce podaję Ci zestawienie barw zimnych i gorących pereł boraksowych, otrzymywanych w płomieniu utleniającym, lub redukującym, w zależności od rodzaju metalu.

Barwa	płomień utleniający		płomień redukujący	
	na gorąco	na zimno	na gorąco	na zimno
szara			Ag, Bi, Cd, Ni, Pb, Sb, Zn	Ag, Bi, Cd, Ni, Pb, Sb, Zn
żółta	Ag, Fe			
brunatna		Ni		
zielona	Cu	Cr	Cr, Fe	Cr, Fe
niebieska	Cu, Co	Co	Co	Co
fioletowa	Mn	Mn		
czerwona	Fe			Cu

I jeszcze jedno ważne wyjaśnienie. Do badań metodą perły boraksowej powinno się używać drucika platynowego, bo sama platyna nie barwi perełki. Wiedząc jednak dobrze, że drucik platynowy jest dla większości amatorów eksperymentu niedostępny, zaproponowałem Ci stosowanie drutu stalowego. Oczywiście będzie się on stopniowo utleniał i częściowo barwił perełkę. Dlatego też perełki musisz często zmieniać.

Szkliwa, emalie, lutowanie

Jeżeli masz duży palnik gazowy albo dysponujesz piecem węglowym, możesz wykonać następujące doświadczenie. — W płomieniach palnika lub w piecu ogrzej do czerwoności pasek blachy stalowej. W tym czasie przygotuj też boraks oraz kawałek blaszki lub drutu mosiężnego. Gdy blacha stalowa ogrzeje się już do czerwoności, umieść na niej przygotowany skrawek mosiądzu, a potem całość ogrzewaj dalej. Najprawdopodobniej mosiądz stopi się, ale po nachyleniu paska blachy spłynie z niej, nie pozostawiając śladu.

Wobec tego następne doświadczenie wykonaj w inny sposób. Ogrzany do czerwoności pasek blachy stalowej posyp obficie boraksem i gdy boraks przestanie się już pienić (zeszkli się), połóż w to miejsce skrawek mosiądzu. Całość przysyp jeszcze boraksem i ponownie ogrzej. Tym razem już po chwili mosiądz stopi się i zwiąże ze stalą.

Ostudź próbkę i obejrzyj ją dokładnie. Oto mosiądz rozlał się na stali i związał się z nią świetnie. Temu zwią-

zaniu się walnie pomógł boraks. To on właśnie rozpuścił w sobie zarówno tlenki żelaza, jak i mosiądzu, a przez to umożliwił spojenie się tych metali.

Bez boraksu nie ma więc mowy o lutowaniu stali mosiądzem, miedzią czy srebrem.

Dzięki zdolnościom rozpuszczania w sobie tlenków metali oraz wiązania się z metalami, boraks jest podstawowym składnikiem emalii, czyli szkliw, nakładanych na wszelkie wyroby metalowe.

Spróbuj teraz silnie ogrzać kawałeczek miedzi. Gdy będzie już czerwony, posyp go boraksem. Po znanym Ci już burzliwym pienieniu się, kawałeczek miedzi zostanie pokryty gładką szklistą warstewką. Skoro już ostygnie, przyjrzyj się proszę uważnie barwie szkliwa pokrywającego miedzianą blaszkę. *No, jaka jest jej barwa*? — Czerwona.

Oczywiście, ale powiedz mi, proszę, skąd wzięła się ta czerwona barwa?

Związki miedzi, chyba... - zaczynasz. No, ciepło, ciepło.

Co się dzieje podczas ogrzewania miedzi w normalnej atmosferze?

— Jej powierzchnia utlenia się — odpowiadasz. Zgoda, masz rację. I właśnie te tlenki rozpuszcza w sobie na gorąco stopiony bezwodny boraks.

Pamiętasz? Na początku tego rozdziału mówiłem Ci, że właściwości boraksu mają dla nas znaczenie podwójne — analityczne i techniczne.

Znaczenie analityczne już poznałeś. Natomiast jednym z praktycznych zastosowań technicznych boraksu jest

rozpuszczanie tlenków metali podczas ich łączenia na gorąco, czyli podczas łączenia metali tak zwanymi lutami twardymi (stopy miedzi, bądź srebra).

Ale owo rozpuszczanie tlenków w stopionym boraksie ma też i inne znaczenie techniczne.

Mianowicie, wykorzystując stosunkowo niską temperaturę topnienia boranów różnych metali, możesz drogą stapiania boraksu z odpowiednimi solami metali otrzymywać barwne, niskotopliwe szkliwa, nadające się do wielu prac zdobniczych (emalierskich).

Synteza boraksu

Z nabyciem **kwasu borowego — H_3BO_3** nie będziesz miał większych trudności. Związek ten powszechnie stosowany w medycynie, kupisz w każdej aptece. Następnie potrzebny Ci będzie **wodorotlenek sodu — NaOH,** lub **węglan sodu,** czyli **Na_2CO_3**.

Przystępując do syntezy boraksu, w 40 ml wody rozpuść 4 g **wodorotlenku sodu — NaOH,** roztwór ogrzej na łaźni wodnej i dodaj, stale mieszając, 12,5 g **kwasu borowego — H_3BO_3**.

Zachodzącą reakcję zobojętnienia możemy zapisać równaniem.



$$4H_3BO_3 + 2NaOH \rightarrow Na_2B_4O_7 + 7H_2O$$

Gdy cały kwas borowy ulegnie rozpuszczeniu, naczynie z roztworem odstaw w zimne miejsce do krystalizacji.

Jeżeli surowcem ma być soda, rozpuść 13 g Na_2CO_3

w 15 ml wrzącej wody i dodaj porcjami 12 g kwasu borowego. Zachodzi reakcja:



$$4H_3BO_3 + Na_2CO_3 \rightarrow Na_2B_4O_7 + CO_2 + 6H_2O$$

Roztwór, tak jak i poprzednio, odstaw w zimne miejsce do krystalizacji.

Otrzymane jedną z podanych metod kryształy czteroboranu sodu są jeszcze brudne, więc wymagają oczyszczenia przez krystalizację.

W tym celu wykorzystasz znaczną rozpuszczalność $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ w gorącej wodzie. Poniżej podaję Ci, ile gramów $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ rozpuszcza się w 100 ml wody, w zależności od jej temperatury.

Temp. °C	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
$Na_2B_4O_7 . 10H_2O$ [g]	2,8	4,6	7,8	12	18	27	40	57	76	120	201

Po sporządzeniu na gorąco stężonego roztworu, przesącz go, a po ostudzeniu otrzymasz czyściutkie kryształy czteroboranu sodu. Te bezbarwne kryształy rozpuszczają się nieznacznie w glicerynie i alkoholu etylowym.

Ponieważ czteroboran sodu jest solą bardzo mocnego wodorotlenku i słabego kwasu, w roztworach wodnych



ulega hydrolizie, przy czym roztwory odznaczają się alkalicznym (zasadowym) odczynem. Możesz się o tym łatwo przekonać. Odważ dokładnie 1 g starannie wysuszonego $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ i rozpuść go w 50 ml destylowanej wody. Po dodaniu paru kropli oranżu metylowego lub fenoloftaleiny, po barwie tych wskaźników stwierdzisz zasadowy charakter roztworu. Do roztworu takiego dodawaj z biurety 2-normalny kwas solny HCL.

1 ml takiego 0,2 kwasu solnego zobojętnia 0,038143 g. $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$. Ciekawy jestem, ile ml 0,2 n HCl zużyjesz więc na zobojętnienie 1 g czteroboranu sodu?

Kwas borowy

Związek o wzorze H_3BO_3 możesz co prawda nabyć w aptece jako tzw. kwas borny, ale proponuję otrzymanie go o własnych siłach. Odważ więc 15 g boraksu... Tak mój drogi, różnie w życiu chemika bywa — raz zachodzi potrzeba otrzymania boraksu z kwasu borowego, a raz kwasu borowego z boraksu. Na wszystko musisz być przygotowany.

Tak więc odważ 15 g **boraksu** — $\mathbf{Na_2B_4O_7} \cdot 10H_2O$ i wsyp go do zlewki zawierającej 50 ml wrzącej wody. Gdy boraks się już rozpuści dodaj roztwór zawierający 15 ml stężonego HCl i 15 ml wody. Całość dokładnie wymieszaj. W zlewce zachodzi reakcja, którą można zapisać tak:



$$Na_2B_4O_7 + 2HCl + 5H_2O \rightarrow 4H_3BO_3 + 2NaCl$$

Co możesz o niej powiedzieć?

Ponieważ milczysz, przypomnę, iż jest to typowa reakcja wymiany. Boraks, jak wiesz, jest solą mocnego wodorotlenku sodu oraz bardzo słabego kwasu borowego. Jeżeli więc na sól taką podziałasz mocnym kwasem, a przecież HCl do takich należy, wtedy wypiera on z soli słaby kwas borowy i sam wchodzi na jego miejsce... No, ale powróćmy do naszego preparatu.

Zawartość zlewki ostudź do temperatury pokojowej, a następnie umieść ją w naczyniu z mieszaniną oziębiającą, taką aby temperaturę obniżyć do ok. 5—10°C. Na dnie zlewki zgromadzi się biały osad, jest nim surowy **kwas borowy — H_3BO_3**, odznaczający się bardzo małą rozpuszczalnością w niskich temperaturach. Po odsączeniu (najlepiej na lejku sitowym), w celu oczyszczenia poddaj kwas borowy krystalizacji. Jego rozpuszczalność w 100 ml wody przy różnych temperaturach wynosi:

0°C — 2,8 mg H_3BO_3,
50°C — 9,1 g H_3BO_3,
100°C — 38 g H_3BO_3

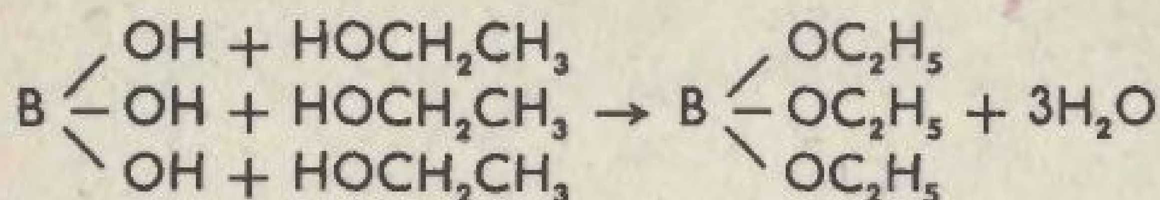
Dobrze oczyszczony H_3BO_3 ma postać charakterystycznych białych krystalicznych łusek.

Na zakończenie proponuję Ci efektowne doświadczenie. Do parowniczki ustawionej na siatce azbestowej wsyp 1—2 g kwasu borowego, wlej 3 ml denaturatu i 3—5 kropli stężonego H_2SO_4. Całość wymieszaj patyczkiem szklanym, po czym zapal.

Zwróć uwagę na płomień. Widzisz? — jego brzegi są wyraźnie zabarwione na zielono. Zapamiętaj tę barwę

i całą reakcję, bo jest łatwa a zarazem charakterystyczna dla kwasu borowego. Oto w wyniku reakcji H_3BO_3 z alkoholem przy katalitycznym działaniu H_2SO_4 tworzy się **ester etylowy kwasu borowego — $C_2H_5BO_3$**.

Reakcję tę można zapisać tak:



$$B\begin{cases} OH + HOCH_2CH_3 \\ OH + HOCH_2CH_3 \\ OH + HOCH_2CH_3 \end{cases} \rightarrow B\begin{cases} OC_2H_5 \\ OC_2H_5 \\ OC_2H_5 \end{cases} + 3H_2O$$

Właśnie ten boroorganiczny związek, spalający się, nadaje płomieniowi charakterystyczną barwę zieloną.



3 KOWAR ŹRÓDŁEM ZWIĄZKÓW KOBALTU

Ty i Twoi bardziej doświadczeni koledzy, już po przeczytaniu samego tytułu tego rozdziału zadrżycie niczym rasowe konie wyścigowe przed gonitwą. O, Wam nie trzeba przypominać ani zachwalać zalet związków kobaltu w domowym laboratorium! Niewiele jest chyba metali umożliwiających dokonanie z ich solami tylu różnorodnych i efektownych doświadczeń barwnych.

Spośród wielu Twoich listów zawierających prośby o pomoc w sprawach odczynnikowych, bardzo poczesne miejsce zajmuje chlorek i azotan kobaltowy. Dlaczego? Niewtajemniczonym wyjaśniam, że... — Chodzi mi o to,

iż związki kobaltu wykazują ciekawą właściwość zmiany barw w zależności od ilości przyłączonej wody. Wiem przecież, że związki kobaltu umożliwiają budowę tzw. barometrów chemicznych, wykonywanie indykatorów stopnia nasycenia substancji suszących, atramentów sympatycznych służących do „tajnej" korespondencji — przypominasz.

A ja dodaję: ... Umożliwiają wytapianie pięknych błękitnych perełek boraksowych czy wreszcie pozwalają uruchomić podwodny ogród chemiczny. Opisy wielu z tych doświadczeń znalazłeś w książeczce z serii „Chemia dla Ciebie". Teraz więc zajmiemy się tylko surowcami.

Sprawy surowcowe

Nabycie związków kobaltu, a więc **siarczanu kobaltu — $CoSO_4$**, **chlorku kobaltu — $CoCl_2$**, czy też **azotanu kobaltu — $Co(NO_3)_2$**, jest trudne, a związki te są drogie.

Dlatego spróbujemy związki kobaltu wykonać we własnym zakresie. O surowce nie będzie wcale tak trudno. Do tego celu wykorzystasz stare tranzystory lub zestyki, zarówno druciki stanowiące wyprowadzenie, jak i sam przepust tranzystorów, oraz elektrody zestyków. Wykonane są one z kowaru, czyli stopu zawierającego średnio 30% niklu, 20% kobaltu i 50% żelaza. Kowar odznacza się minimalnym współczynnikiem rozszerzalności liniowej (cieplnej), równym współczynnikowi szkła. Dlatego też stosowany jest on powszechnie w elektronice

do produkcji wszelkiego rodzaju elektrod i elementów wtapianych w szkło.

O ile więc dziś, w dobie inwazji elektroniki, zdobycie materiału wyjściowego, a więc kowaru, nie przysporzy Ci specjalnych trudności, o tyle lojalnie uprzedzam, że droga od elektrody do siarczanu czy też chlorku kobaltowego będzie długą.

Krótko mówiąc, samodzielne otrzymanie związków kobaltu z kowaru będzie niejako Twoją pracą dyplomową z cierpliwości, staranności i kunsztu eksperymentatorskiego. Natomiast piękne, barwne doświadczenia ze związkami kobaltu na pewno wynagrodzą Ci trud, włożony w ich przygotowanie.

Plan batalii

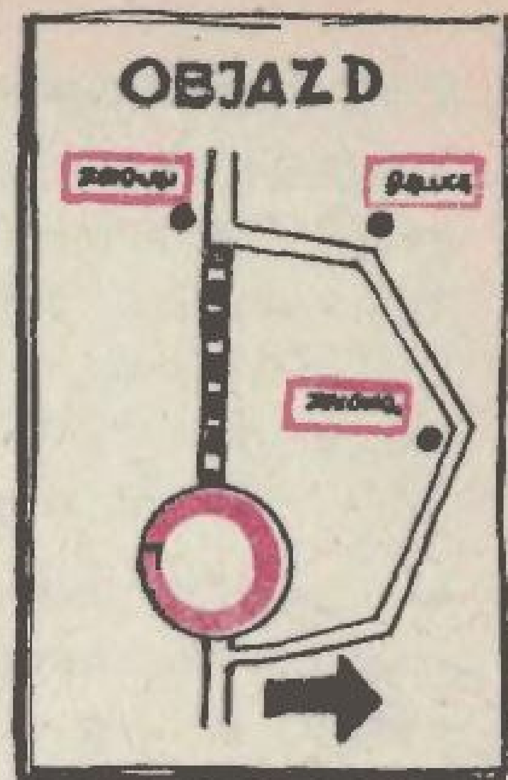
Przystępując do ataku na kowar, ataku, którego celem będzie zdobycie związków kobaltu, musisz przede wszystkim opracować plan batalii, to znaczy naszkicować sobie tok postępowania.

Jak już wiesz, kowar jest stopem trójskładnikowym zawierającym żelazo, nikiel i kobalt. Aby te metale rozdzielić, trzeba je przeprowadzić w odpowiednie związki, a następnie postarać się związki te rozdzielić, wykorzystując wybraną różnicę właściwości fizykochemicznych.

Wyciągnij więc do pomocy mapy sztabowe, czyli tablice właściwości fizykochemicznych związków.

Długie poszukiwania i wreszcie pierwsza nadzieja. — Oto z trzech siarczanów, to jest żelazawego, niklawego

i kobaltawego — pierwszy odznacza się mniejszą rozpuszczalnością w wodzie oraz całkowitą nierozpuszczalnością w alkoholu etylowym.



— A więc czym prędzej rozpuszczam kowar w kwasie siarkowym, aby otrzymać mieszaninę siarczanów — wołasz niecierpliwie.

Zgoda, ale czy zamiar taki jest realny?

Tablice informują, że zarówno kobalt jak również i nikiel praktycznie nie rozpuszczają się w kwasie siarkowym, a więc kowaru w tym kwasie nie rozpuścimy. Co robić? Skoro droga na wprost jest zamknięta, to musi się znaleźć jakiś objazd. Tym objazdem będzie otrzymanie siarczanów poprzez azotany i węglany.

Twój tok postępowania będzie więc wyglądał następująco:

Etap	Rodzaj czynności	Wynik
I	Rozpuszczanie kowaru w kwasie azotowym	rozpuszczane azotany kobaltu, niklu i żelaza
II	reakcja roztworu azotanów, kobaltu, niklu i żelaza z Na_2CO_3	nierozpuszczalne węglany kobaltu, niklu i żelaza
III	reakcja nierozpuszczalnych osadów węglanów kobaltu, niklu i żelaza z H_2SO_4	rozpuszczalne siarczany kobaltu, niklu i żelaza

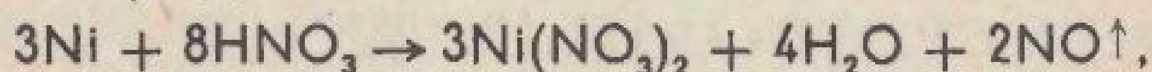
Pierwszy etap — rozpuszczanie

Rozdrobnione kawałeczki kowaru rozpuść w porcelanowej parowniczce, zalewając je stężonym **kwasem azotowym — HNO_3**.

Na 10 g kowaru bierzesz 50—60 g HNO_3. Całość ogrzewaj aż do całkowitego rozpuszczenia się kawałeczków, przy czym pod koniec reakcji dodaj 25—30 ml wody.

Uwaga: ponieważ przy rozpuszczaniu kowaru wydzielają się bardzo szkodliwe dla zdrowia tlenki azotu, zabieg ten musisz wykonać na otwartej przestrzeni lub pod dobrym wyciągiem.

Reakcje zachodzące podczas rozpuszczania kowaru możemy ująć równaniami:



$$3Ni + 8HNO_3 \rightarrow 3Ni(NO_3)_2 + 4H_2O + 2NO\uparrow,$$



$$3Co + 8HNO_3 \rightarrow 3Co(NO_3)_2 + 4H_2O + 2NO\uparrow,$$



$$Fe + 2HNO_3 \rightarrow Fe(NO_3)_2 + H_2\uparrow$$

Drugi etap — strącanie

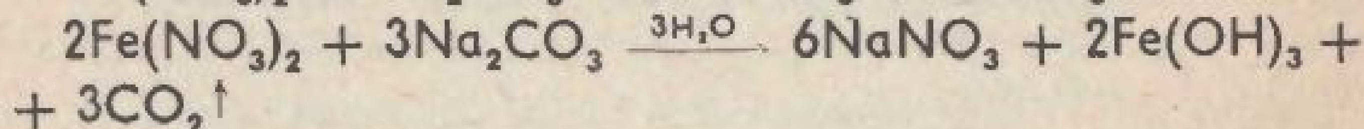
Otrzymany roztwór sącz na gorąco i zaraz potem dodaj sporządzony osobno nasycony wodny roztwór 55 g **węglanu sodu — Na_2CO_3**. Roztwór ten przesącz przed użyciem. Pod wpływem dodatku węglanu sodu cały Twój roztwór zacznie się burzyć, pienić, a w końcu na dno opadnie osad mieszaniny węglanów:



$$Ni(NO_3)_2 + Na_2CO_3 \rightarrow 2NaNO_3 + NiCO_3\downarrow,$$



$$Co(NO_3)_2 + Na_2CO_3 \rightarrow 2NaNO_3 + CoCO_3\downarrow,$$



$$2Fe(NO_3)_2 + 3Na_2CO_3 \xrightarrow{3H_2O} 6NaNO_3 + 2Fe(OH)_3 + 3CO_2\uparrow$$

A więc w wyniku dodania węglanu sodu otrzymałeś mieszaninę nierozpuszczalnych w wodzie osadów węglanu niklu i kobaltu oraz wodorotlenku żelazowego. Teraz całość, to jest płyn z mieszaniną osadów trzeba ogrzać i przez 3—5 minut pogotować. Zabieg ten bardzo ułatwi Ci sączenie, bo osady węglanów, a zwłaszcza wodorotlenku żelazowego, zbijają się w większe cząstki.



Następnego dnia zlej klarowny roztwór, osad po kilkakrotnym, bardzo starannym przemyciu wodą, odsącz i rozpuść w 15% kwasie siarkowym.

Orientacyjnie na 30 g mokrego osadu zużyjesz ok. 50 g 15% roztworu H_2SO_4. Jednak w praktyce musisz go dodać po prostu tyle, aby cały osad uległ rozpuszczeniu. Unikaj jednak, proszę, nadmiaru H_2SO_4.

Teraz w roztworze masz już mieszaninę rozpuszczalnych siarczanów, które powstały w wyniku reakcji:



$NiCO_3 + H_2SO_4 \rightarrow NiSO_4 + H_2O + CO_2\uparrow$,



$$CoNO_3 + H_2SO_4 \rightarrow CoSO_4 + H_2O + CO_2\uparrow.$$



$$2Fe(OH)_3 + 3H_2SO_4 \rightarrow Fe_2(SO_4)_3 + 6H_2O$$

Roztwór ogrzej, przesącz, zagęść przez powolne odparowanie i odstaw do krystalizacji. Nazajutrz otrzymasz mieszaninę kryształów siarczanów trzech metali.

Różnice rozpuszczalności

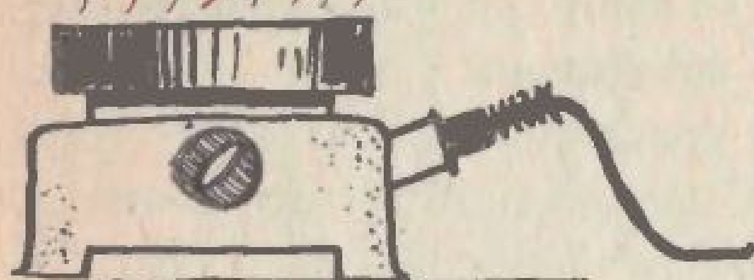
Aby dokonać rozdziału posiadanej mieszaniny kryształów siarczanów żelaza, niklu i kobaltu, musisz przede wszystkim przestudiować charakter tych związków.

Zapewniam Cię, że nie jest to wcale zbędna biurokracja chemiczna, czy też tzw. sztuka dla sztuki. Studiowanie tablic fizykochemicznych właściwości naszych siarczanów pozwoli Ci na dobranie odpowiedniego rozpuszczalnika, a ten z kolei umożliwi rozdzielenie mieszaniny.

Popatrz więc na naszą tablicę, w której zgromadziłem dane dotyczące rozpuszczalności w wodzie, w zależności od temperatury, najtypowszych soli niklu, żelaza i kobaltu.

Najpierw mały komentarz do tablicy.

Niektóre związki tworzą dwa rodzaje kryształów uwodnionych np. azotan niklawy krystalizuje w dwa rodzaje kryształów o wzorach: $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ i $Ni(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$. Pierwsze z nich, kryształy sześciowodne, ogrzane do temperatury ok. 50°C tracą wodę i przechodzą w kryształy trójwodne. Oczywiście rozpuszczalność kryształów sześcio- i trójwodnych jest różna, co zostało podane w tablicy.



Następnie z łatwością zauważysz, że rozpuszczalność w wodzie siarczanów wszystkich trzech metali jest do siebie bardzo zbliżona.

Stąd wniosek, iż woda niewiele tu nam pomoże. Ale w rubryce „inne rozpuszczalniki" czytasz, że **siarczan żelazowy** — **$Fe_2(SO_4)_3$** jest w **alkoholu etylowym** — **C_2H_5OH** nierozpuszczalny. Natomiast dwaj jego towarzysze, siarczan niklawy i kobaltawy, wykazuje mierną rozpuszczalność w alkoholu etylowym. — Mamy wreszcie coś odpowiedniego do naszej sytuacji — wołasz. Bo siarczan żelazowy w alkoholu etylowym się nie rozpuszcza. — Zgoda, wniosek słuszny. Zaraz to wykorzystasz.

Do mieszaniny kryształów siarczanów, umieszczonych w kolbce, wlej porcję 100 ml alkoholu etylowego. Całość mieszaj i ogrzewaj do temp. ok. 40°C.

Uwaga: Rozpoczynasz pracę z bardzo łatwo palnym rozpuszczalnikiem. Dlatego też przypominam, że naczyń z alkoholem nie wolno ogrzewać bezpośrednio płomieniem, ani na otwartej kuchence elektrycznej.



Naczynie z alkoholem ogrzewać możesz tylko poprzez łaźnię wodną, a tę ostatnią ogrzewaj na krytej kuchence elektrycznej. Dalej, podczas pracy z alkoholem nie wolno używać dużych jego porcji, na stole nie ma prawa znajdować się żadna łatwo palna substancja.

Jako rozpuszczalnika do rozdzielania mieszaniny siarczanów nie musisz używać czystego, drogiego alkoholu etylowego. Do naszych celów najzupełniej wystarcza odbarwiony spirytus denaturowany.

Po 10 minutowym ogrzewaniu i mieszaniu, alkohol w którym rozpuściły się częściowo siarczany kobaltawy i niklawy, zlewasz i przenosisz do kolby destylacyjnej, pozostałą mieszaninę kryształów zalewasz następną porcją alkoholu.

Po oddestylowaniu alkoholu (temp. wrzenia ok. 78°C), na dnie kolbki pozostanie osad mieszaniny siarczanów kobaltu i niklu. Oddestylowany czysty alkohol posłuży Ci do rozpuszczania następnych porcji mieszaniny siarczanów.

W zależności od wyjściowej ilości kowaru, cykl rozpuszczanie — destylacje trzeba powtórzyć 3—4 razy.

Znowu węglany

W kolbie destylacyjnej, po oddestylowaniu alkoholu, masz już zebrany czerwonobrunatny osad stanowiący mieszaninę siarczanu niklawego i kobaltawego.

Spoglądasz znowu na tablicę. Rozpuszczalność $CaSO_4$ jak i $NiSO_4$, zarówno w wodzie czy alkoholu, jest bardzo

Tablica 1

W 100 ml wody rozpuszcza się g związku przy temp. °C

Związek	0°	10°	20°	50°	70°	80°	90°	Inne rozpuszczalniki
$Fe_2(SO_4)_3 \cdot 9H_2O$	15	20	27	48	70	rozkład		nierozpuszczalny w C_2H_5OH
$NiSO_4 \cdot 7H_2O$	27	32	38	50				rozpuszczalny w C_2H_5OH w 100 ml w temp. 25°C ok. 4g
$NiSO_4 \cdot 6H_2O$					54	65	76	
$CoSO_4 \cdot 7H_2O$	20	23	26	55	65	70	75	rozpuszczalny w C_2H_5OH w 100 ml w temp. 15°C ok. 4 g
$Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	44	—	49	55				rozpuszczalny w C_2H_5OH w 100 ml w temp. 15°C ok. 30 g
$Ni(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$				62	64		70	
$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	45	—	50	55				rozpuszczalny w C_2H_5OH w 100 ml w temp. 15°C ok. 100 g
$Co(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$				62	64	68	77	
$NiCl_2 \cdot 6H_2O$	89	125	254	370	430	490	570	słabo rozpuszczalny w C_2H_5OH
$CoCl_2 \cdot 6H_2O$	29	—	33	35				słabo rozpuszczalny w C_2H_5OH
$CoCl_2 \cdot H_2O$				41	47	49	—	

zbliżona. Zwróć jednak uwagę na ogromną różnicę rozpuszczalności:

1) chlorków $NiCl_2$ i $CoCl_2$ w wodzie,
2) azotanów $Ni(NO_3)_2$ i $Co(NO_3)_2$ w alkoholu.

Reasumując, musisz tak czy tak nasze siarczany przekształcić w chlorki bądź azotany. W takim przypadku korzystasz oczywiście z pomocy węglanów.

A więc do kolby z mieszaniną siarczanów dodaj wodę, całość rozpuść, po czym dodaj 20—30 g stężonego wodnego roztworu węglanu sodu.

Strącą się dobrze Ci już znane węglany niklawy i kobaltawy. Po dokładnym przemyciu wodą, w zależności od wybranej drogi, osad węglanów rozpuść w kwasie solnym lub azotowym.

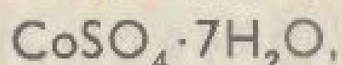
Po burzliwej reakcji, której towarzyszy obfite wydzielanie się CO_2, otrzymasz mieszaninę chlorków lub azotanów kobaltu i niklu.

Dalsze postępowanie, to rozdzielenie chlorków przez parokrotną krystalizację z wody lub też wymycie azotanu kobaltu alkoholem etylowym.

Wreszcie o barwach związków kobaltu

Niewiele znamy związków nieorganicznych, które mogłyby konkurować z solami kobaltu pod względem ilości możliwych do obserwacji barw. To jest istny kameleon.

Sole uwodnione, a więc np.


$CoSO_4 \cdot 7H_2O$,


$Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$,


$Co(Cl)_2 \cdot 6H_2O$

i ich roztwory odznaczają się barwą ciemnoróżową.

Te same sole bezwodne są niebieskie.



I już masz pierwsze zastosowanie soli kobaltu — sygnalizowanie wilgotności powietrza albo stopnia uwodnienia substancji suszących, np. żelu krzemowego.

I tak, pasek bibuły lub tkaniny nasycony związkami kobaltu, przy dużej wilgotności powietrza (w czasie deszczu) przybiera barwę buraczkowoczerwoną. W miarę zmniejszania się ilości wilgoci w powietrzu, pasek przybiera szereg pośrednich odcieni, aż wreszcie staje się niebieski.

Takie chemiczne higrometry są bardzo proste, a zarazem praktyczne i niezawodne.

Również zmiana barwy grunulek żelu krzemowego z niebieskiej na buraczkową, sygnalizuje nam, że środek suszący wymaga już regeneracji.

A oto, jak się zmienia barwa chlorku kobaltowego — $CoCl_2$ w zależności od stopnia uwodnienia cząsteczki:

$CoCl_2 \cdot 6H_2O$ — barwa różowa,
$CoCl_2 \cdot 4H_2O$ — barwa czerwona,
$CoCl_2 \cdot 2H_2O$ — barwa różowofioletowa,
$CoCl_2 \cdot 3/2H_2O$ — barwa fioletowa,
$CoCl_2 \cdot 1H_2O$ — barwa niebieskofioletowa,
$CoCl_2$ — barwa niebieska.

Istną gamę, kolorów prezentują również aminowe kompleksowe związki kobaltu, związki takie zawierają kobalt na trzecim stopniu utlenienia. Powstaje on w wyniku utleniania kompleksów amoniakalnych kobaltu dwuwartościowego $[Co(NH_3)_2]^{3+}$, jak też i ich pochodnych, zwanych kobaltiakami.

Co ciekawsze, cząsteczki amoniaku w tych kompleksach mogą być zamieniane przez cząsteczkę wody, albo aminy czy też jony Cl^-, Br^-, NO_3^-, NO_2^-, a to jeszcze zwiększa wachlarz możliwych barw.

A oto te barwy:

chlorek sześcioaminokobaltu (+3) — $[Co(NH_3)_6]Cl_3$ — żółty,
„ akwopięcioaminokobaltu — $[Co(H_2O)(NH_3)_5]Cl_3$ — różowoczerwony
„ dwuakwoczterominokobaltu — $[Co(H_2O)_2(NH_3)_4]Cl_3$ — czerwony,

,, chloropięcioamoninokobaltu — $[CoCl(NH_3)_5]Cl_2$ — purpurowy,

,, chlorodwuakwotrójaminokobaltu — $CoCl(H_2O)_2(NH_3)_3Cl$ — fioletowy,

,, dwuchloroczteroaminokobaltu — $[CoCl_2(NH_3)_4]Cl$ — zielony,

,, trójazotynotrójaminokobaltu — — $[Co(NO_2)_3(NH_3)_3]$ — pomarańczowy.

Do wodnego roztworu $CoSO_4$ dodaj parę kropli stężone go roztworu **wodorotlenku amonu — NH_4OH.** Już pierwsze krople powodują strącanie się niebieskiej soli zasadowej.

Jeżeli z kolei do niebieskiego roztworu dodasz wodę utlenioną — całość zróżowieje.

W służbie analizy

Związkiem barwnym, znajdującym duże zastosowanie praktyczne, jest **sześcioazotynokobaltan sodu — $Na_3Co(NO_2)_6$.**

Związek ten o barwie żółtej powstanie, gdy będziesz przedmuchiwał powietrze przez zakwaszoną kwasem octowym mieszaninę roztworów **azotanu kobaltu — $Co(NO_3)_2$,** oraz **azotynu sodu — $NaNO_2$.**

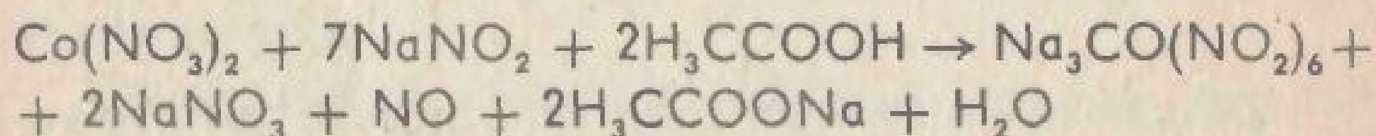
Po dodaniu do takiego roztworu alkoholu etylowego, wytrąca się żółty proszek sześcioazotynokobaltanu sodu. Związek ten znajduje zastosowanie w analityce, bo jest odczynnikiem umożliwiającym wykrywanie kationów potasu K^+. Jak wiemy, wszystkie znane związki potasu

są w wodzie doskonale rozpuszczalne. Stąd też wielkie znaczenie azotynokobaltanu sodu, gdy umożliwia on wytrącanie soli potasu.

Sądzę więc, że warto, aby Twoje laboratorium wzbogaciło się o taki unikalny odczynnik.

W kolbce rozpuść 5 g $Co(NO_3)\cdot 6H_2O$ w 25 ml H_2O, i dodaj roztwór 20 g $NaNO_2$ w 25 ml H_2O oraz 2 ml stężonego **kwasu octowego —H_3CCOOH.**

Kolbkę zamknij korkiem, przez który przechodzą dwie rurki szklane — krótsza oraz dłuższa, sięgające dna. Rurkę krótką połącz z pompką wodną i podłącz ją na 20—30 minut. Praca pompki powodować będzie zasysanie powietrza, które zacznie przepływać przez roztwór w kolbce. Zadaniem strumienia powietrza jest odciąganie z kolbki tlenku azotu powstającego zgodnie z równaniem:



$$Co(NO_3)_2 + 7NaNO_2 + 2H_3CCOOH \rightarrow Na_3CO(NO_2)_6 + 2NaNO_3 + NO + 2H_3CCOONa + H_2O$$

Roztwór odstaw na 2 godziny, następnie odsącz utworzony osad, a do przesączu dodaj 30 ml zimnego alkoholu etylowego. Wytrąci się czysty żółty proszek, **sześcioazotynokobaltanu sodu — $Na_3Co(NO_2)_6\cdot 0{,}5H_2O$.**

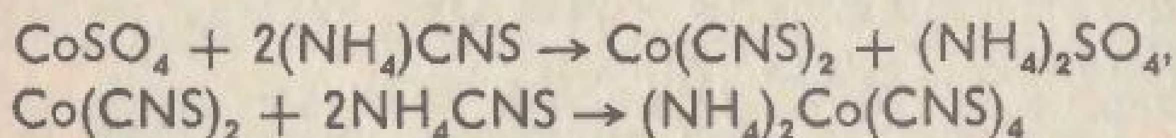
Użyj Twój odczynnik do wykrywania kationów K^+.

Jeżeli więc do roztworu KCl czy KNO_3 dodasz wodny roztwór sześcioazotynokobaltanu sodu, od razu zaczyna się wytrącać prawie nierozpuszczalna w wodzie sól $[Co(NO_2)_6]K_3$.

Radzę Ci wykonać i zapamiętać tę reakcję, bo oddaje ona bardzo cenne usługi w pracach analitycznych.

Reakcje barwne dają też sole kobaltu z rodankami.

Rodanek amonu — NH_4CNS, lub **potasu — KCNS** wytwarza rodanokobaltyny. Mianowicie, ilekroć zadajesz roztwór zawierający sole kobaltawe stężonym roztworem rodanku amonowego lub potasowego wobec alkoholu amylowego, a mieszaninę skłócisz, występuje wówczas szafirowe zabarwienie warstwy alkoholowej. Dzieje się tak na skutek wytwarzania się rodanokobaltynu amonu, rozpuszczalnego w alkoholu lepiej niż w wodzie:



$$CoSO_4 + 2(NH_4)CNS \rightarrow Co(CNS)_2 + (NH_4)_2SO_4,$$
$$Co(CNS)_2 + 2NH_4CNS \rightarrow (NH_4)_2Co(CNS)_4$$

Nikiel w tych warunkach nie daje zabarwienia.

Gdy próbka zawiera żelazo, wtedy czerwony $Fe(CNS)_3$ maskuje tę reakcję. Wystarczy jednak dodać roztworu sody, by żelazo uległo wytrąceniu w postaci **wodorotlenku żelaza — $Fe(OH)_3$,** a szafirowe zabarwienie warstwy alkoholowej wystąpiło wyraźnie. Warto zapamiętać, że reakcja rodankowa jest jedną z najczulszych reakcji analitycznych na kobalt.

Łatwo się możesz o tym przekonać, zadając kroplę roztworu $CoSO_4$ stężonym NH_4CNS lub KCNS i alkoholem amylowym. Po skłóceniu występuje szafirowe zabarwienie warstwy alkoholowej.

Dla stwierdzenia czułości reakcji, jedną — powtarzam — jedną kroplę roztworu $CoSO_4$ rozcieńcz w czystej probówce zawierającej 10 ml wody. Teraz kroplę lub dwie tego rozcieńczonego roztworu zadaj jak poprzednio NH_4CNS i alkoholem amylowym: kobalt i tym razem daje się jeszcze wykryć.

Dwa ciekawe pigmenty

Na zakończenie proponuję Ci wykonanie dwu pigmentów — błękitu Thenarda, czyli **glinianu kobaltowego — $Co(AlO_2)_2$**, oraz zieleni Rinmanna, czyli mieszaniny kryształów CoO i ZnO.

Do 5 ml roztworu dowolnej soli glinu dodaj 2—3 krople **chlorku amonu — NH_4Cl**, po czym — ale bardzo ostrożnie — po kropli, dodaj roztwór **wodorotlenku amonu — NH_4OH**. Wytrąci się biały galaretowaty osad $Al(OH)_3$.

Osad ten przemyj na sączku wodą, lekko podsusz i zwilż 1—2 kroplami rozcieńczonego roztworu $Co(NO_3)_2$.

Następnie sączek wraz z osadem zwiń, wysusz i umieść w tygielku porcelanowym i silnie praż. Po 15—20 minutach prażenia w tygielku zbierze się szczypta barwnego pigmentu błękitu Thenarda.

Z kolei, w celu otrzymania pigmentu drugiego, zieleni Rinmanna, do 5 ml wodnego roztworu chlorku lub siarczanu cynku dodaj 2—3 krople roztworu **chlorku amonu — NH_4Cl**. Następnie dodaj (unikając nadmiaru) **wodorotlenek sodu — NaOH**.



Uwaga: W przeciwieństwie do poprzednio otrzymywanego **wodorotlenku glinu — $Al(OH)_3$**, wytrącający się osad **wodorotlenku cynku — $Zn(OH)_2$**, rozpuszcza się w nadmiarze odczynnika. Dlatego, aby w sposób

pewny wytrącić $Zn(OH)_2$, do roztworu $ZnCl_2$ lub $ZnSO_4$ dodaj, ale dosłownie po kropli, wodorotlenek sodu.

Roztwór z osadem musisz następnie zagotować i odsączyć.

Po podsuszeniu osad na sączku zwilż kropelką rozcieńczonego roztworu $Co(NO_3)_2$. Teraz wysusz go i wraz z sączkiem praż w tygielku pod pokrywką. Otrzymasz szczyptę barwnego pigmentu — zieleni Rinmanna.

Uwaga: Przy otrzymywaniu obu opisanych pigmentów musisz starannie unikać stosowania nadmiaru soli kobaltu. Zbyt duża ilość tych soli nie tylko, że nie polepszy rezultatu, ale wręcz przeszkodzi. Dzieje się tak dlatego, że podczas prażenia nadmiar związków kobaltu ulega rozkładowi, a powstający czarny tlenek CoO_2 maskuje błękit i zieleń pigmentów.



Z ZAKOŃCZENIE — TRZEBA SIĘ JUŻ POŻEGNAĆ

Praca w laboratorium ma tyle uroku i tak wciąga, że nawet nie spostrzegłem, a tu już wyczerpał się limit miejsca uzgodniony z Redakcją. Wydawałoby się, że ledwo zaczęliśmy rozmawiać, a tu już pora się żegnać.

Chcę więc Ci tylko jeszcze powiedzieć, że doskonale zdaję sobie sprawę z tego, że nawet najlepsze i najbardziej szczegółowe rady stają się bezużyteczne skoro nie możesz nigdzie nabyć bądź też wykonać jakiegoś odczynnika, czy też związku. Poza tym często odczynniki sprzedawane są tylko w dużych opakowaniach.

W związku z tym pragnę Ci przypomnieć o wielu zaletach pracy zespołowej oraz o zwykłej pomocy koleżeńskiej. Redakcja miesięcznika „Młody Technik" od wielu już lat prowadzi rubrykę „Pomagamy sobie wzajemnie" i tam zamieszcza adresy tych eksperymentatorów, którzy pragną nawiązać kontakt z podobnymi sobie miłośnikami chemii. Również za pośrednictwem tej rubryki wielu *młodych chemików wymienia ze swym kolegami odczynniki* czy też sprzęt laboratoryjny. A więc pamiętaj o adresie:

Redakcja „Młodego Technika"
Dział Łączności z Czytelnikami
00—389 Warszawa, ul. Spasowskiego 4.

Na zakończenie życzę Ci wielu pomyślnie wykonanych doświadczeń. Ze swej strony myślę już o nowej pozycji z serii „Chemia dla Ciebie", spotkamy się więc rychło znowu. Będzie to książeczka poświęcona praktycznemu wykorzystaniu zjawisk fotochemicznych. Inaczej mówiąc zajmiemy się technikami kopiowania planów i rysunków, fotografią na metalach, tkaninach, szkle, porcelanie jak też i fotochemicznej technice sporządzania plakietek oraz napisów na metalach itp.

SPIS TREŚCI